

**МИНИСТЕРСТВО ТРАНСПОРТА И КОММУНИКАЦИЙ
РЕСПУБЛИКИ КАЗАКСТАН**

**РЕСПУБЛИКАНСКОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ
«ҚАЗАҚСТАН ТЕМІР ЖОЛЫ»**

ДЕПАРТАМЕНТ ЛОКОМОТИВНОГО ХОЗЯЙСТВА

**ИНСТРУКТИВНЫЕ УКАЗАНИЯ ПО
КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА АЛЮМИНИЕВЫХ
СПЛАВОВ**

**г. АСТАНА
2001г.**

**РЕСПУБЛИКАНСКОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ «ҚАЗАҚСТАН ТЕМІР ЖОЛЫ»**

Согласовано:

**Начальник проектного
конструкторско-
технологического бюро**

_____ **В.С. Сорокожердев**

«__» _____ **2001г.**

**Начальник
Департамента
локомотивного
хозяйства**

_____ **Т.Ш. Датбаев**

«__» _____ **2001г.**

**ИНСТРУКТИВНЫЕ УКАЗАНИЯ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА
АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ**

Согласовано:

**Главный метролог
РГП «Казакстан темір жолы»**

_____ **А.П. Лисовский**

Исполнители:

**Начальник
ЦХТО ПКТЬ ЦТ**

_____ **Л.В. Ильина**

**Инженер
ЦХТО ПКТЬ ЦТ**

_____ **Л.С. Терпиловская**

**г. АСТАНА
2001г.**

МЕТОДИКА
ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ, ЖЕЛЕЗА, КРЕМНИЯ,
ЦИНКА В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ

АЛЮМИНИЙ

Объемный метод определения алюминия в алюминиевых сплавах.

1. Реактивы и материалы:

1. Соляная кислота (1:1).
2. Бромтимоловый синий, 0,1 % спиртовой раствор.
3. Едкий натрий, 0,1N раствор.
4. Калий, натрий щавелевокислый, 10 % раствор.
5. Сегнетова соль, 10 % раствор.
6. Маннит, 10 % раствор или глицерин.

Подготовка к анализу:

1. Приготовление соляной кислоты (1:1) по объему, т.е. берется 100 см³ соляной кислоты и 100 см³ дистиллированной воды.
2. Приготовление едкого натрия 0,1N раствора:
4 г NaOH растворяют в дистиллированной воде и после охлаждения доводят объем до 1 дм³ или готовят из фиксаля.
3. Приготовление бромтимолового синего: навеску 0,1 г бромтимолового синего, переносят в мерный стакан на 100 см³, и доводят до метки 96 % спиртом.
4. Приготовление калия, натрия щавелевокислого – 10 % раствор;
10 г KNa – щавелевокислого переносят в мерный стакан на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.
5. Приготовление 10 % раствора сегнетовой соли.

-С₄ Н₄ К Na O₆:

10 г сегнетовой соли переносят в мерный стакан на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Применяют свежеприготовленный раствор.

6. Приготовление 10 % раствора маннита или глицерина:
10 г маннита переносят в мерный стакан на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор свежеприготовленный.

Проведение анализа:

Навеску алюминиевого сплава 0,1 г помещают в колбу на 100см³ растворяют в 5 см³ HCL (1:1), выпаривают до выпадения осадка (мокрых солей); приливают 50 см³ горячей дистиллированной воды.

Затем раствор охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Делят раствор на 2 равные части по 50 см³ каждая. Отобранную каждую часть раствора помещают в колбу на 200 см³ и 500 см³. К каждой порции раствора приливают по 5 см³ 10 % раствора маннита. Через 5 минут в колбу с раствором на 200 см³ прибавляют 10 см³ К, Na – щавелевокислого 10 % раствора, 10-15 капель бромтимолового синего и титруют свободную кислоту 0,1N раствором едкого натра до первого изменения окраски из желтой в зеленую. Во вторую колбу на 500 см³ прибавляют 10 см³ 10 % раствора сегнетовой соли, прибавляют 10-15 капель индикатора бромтимолового синего и титруют 0,1N раствором NaOH до перехода окраски из желтой через зеленую в синий цвет. При этом определяют общую кислотность раствора по разности между двумя определениями содержания алюминия:

$$\% \text{ AL} = \frac{(a-b) \cdot T \cdot 100}{n}, \text{ где}$$

a – количество раствора NaOH в присутствии сегнетовой соли.

b – количество раствора NaOH в присутствии К, Na – щавелевокислого.

n – навеска алюминиевого сплава.

T – титр раствора едкого натрия.

Весовой метод определения алюминия в алюминиевых сплавах.

Реактивы, материалы:

1. Смесь кислот: (HNO₃, HCL, H₂SO₄).
2. Индикатор метилрот.
3. Хлористый аммоний 2 % раствор.
4. Аммиак (1:1).
5. Муфельная печь.
6. Фарфоровые тигли.

Подготовка к анализу:

1. Приготовление смеси кислот:

Смешивают 20 см³ азотной кислоты с 20 см³ мл соляной кислоты и 60 см³ серной кислоты, затем готовят раствор соотношением (1:1), т.е. берут 100 см³ смеси кислот и 100 см³ дистиллированной воды.

2. Приготовление индикатора метилрот:

Навеску 0,1 г метилрота растворяют в 100 см³ этилового спирта.

Проведение анализа:

Навеску стружки, 0,2 г помещают в коническую колбу на 250 см³, приливают 40 см³ смеси кислот, кипятят при умеренном нагревании до растворения стружки. Раствор охлаждают. Затем приливают 100 см³ дистиллированной воды и 5 см³ хлористого аммония – 2 % раствора, далее весь раствор переносят в мерную колбу на 250 см³. (Если весь раствор переносят в мерную колбу на 250 см³, то вес осадка 0,08 г.):

$$\begin{array}{l} 0,2 - 250 \\ x_1 - 100 \end{array} \quad x_1 = \frac{0,2 \cdot 100}{250} = 0,08 \text{ г.}$$

если раствор переносят в мерную колбу на 500 см³, то вес осадка 0,04 г:

$$\begin{array}{l} 0,2 - 500 \\ x_2 - 100 \end{array} \quad x_2 = \frac{0,2 \cdot 100}{500} = 0,04 \text{ г.}$$

Аликвоту в обоих случаях берут 100 см³ – доводят до метки дистиллированной водой и отбирают аликвоту – 100 см³ в коническую колбу на 250 см³, доводят до кипения – 90°C приливают индикатор метилрот 3-5 капель и разбавленный аммиак (1:1) до перехода красной окраски в желтую до полного осаждения осадка в растворе (изменить РН до 6,2), колбу с осажденным осадком ставят на плитку и кипятят 2 мин. Фильтруют через двойной фильтр синяя лента, промывают 2 %-ным раствором теплого хлористого аммония и 2-3 раза дистиллированной водой. Переносят фильтр в предварительно взвешенный фарфоровый тигель и ставят в муфельную печь на 2 часа при температуре 700°C.

Расчет:

$$AL = \frac{П \cdot 0,5294 \cdot 100\%}{d}, \quad \text{где}$$

P – вес осадка, (0,04 г или 0,08 г)
0,5294 – коэффициент пересчета Al_2O_3
 d – навеска

Фотометрический метод определения железа в алюминиевом сплаве

Реактивы:

1. Сульфосалициловая кислота – 10 % раствор.
2. Аммиак – 25 %.
3. Стандартные растворы сернокислого $FeSO_4$ -железа: основной и рабочий:
4. Соляная кислота (1:1).
5. Фотозлектроколориметр.

Подготовка к анализу:

1. Приготовление сульфосалициловой кислоты:
Навеску 10 г переносят в мерный стакан на 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.
2. Приготовление основного стандартного раствора железа $FeSO_4$:
 - а) навеску 8,833 г. $FeSO_4$ растворяют в 1 дм^3 дистиллированной воды, подкисляют 1-2 см^3 концентрированной соляной кислоты. 1 см^3 этого раствора содержит 1 мг Fe.
 - б) Затем из этого раствора берут 100 см^3 и переносят в мерную колбу на 1 дм^3 , доводят до метки дистиллированной водой. Этот раствор содержит в 1 см^3 – 0,1 мг Fe или навеску 2,208 г $FeSO_4$ и растворяют в 250 см^3 дистиллированной воды.

Сущность метода:

Сульфосалициловая кислота в аммиачной среде взаимодействует с железом с образованием окрашенного в желтый цвет комплекса.

Проведение анализа:

Навеску сплава 0,1 г растворяют в 5 см^3 соляной кислоты (1:1) при умеренном нагревании. Чтобы не было потерь, навеску надо

брать в мерную колбу на 100 см³. Остудить и доливают до метки дистиллированной водой. Необходимо для определения железа брать раствор сравнения с добавлением тех же реактивов, как со стружкой. Затем берут аликвоту из обеих (или нескольких колбочек) по 10 см³ в мерную колбу на 50 см³ приливают 10 см³ дистиллированной воды и 5 см³ 10 % раствора сульфосалициловой кислоты, приливают также 3 см³ аммиака концентрированного. Доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Затем колориметрируют на ФЭКе в кювете на 20 см³ с синим светофильтром, длиной волны 440 нм, чувствительность 2.

Массовую долю железа в процентах вычисляют по градуировочному графику.

Абсолютные допустимые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютные допустимые расхождения, %
от 0,01 до 0,025	0,005
св. 0,025 до 0,07	0,007
св. 0,07 до 0,2	0,012
св. 0,2 до 0,5	0,04
св. 0,5 до 1	0,05

По показанию ФЭКа, калибровочному графику находят содержание железа в алюминиевом сплаве.

Построение графика:

В мерные колбы на 50 см³ микропипеткой отмерить 0,2; 0,5; 0,8; 1,0; 1,5 см³ – стандартного раствора железа, что соответствует – 0,2; 0,5; 0,8; 1,0; 1,5;- 2,0 % железа. Затем прибавляют 10 см³ дистиллированной воды, 5 см³ сульфосалициловой кислоты и 3 см³ концентрированного аммиака, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и колориметрируют на ФЭКе в кювете на 20 с синим светофильтром длина волны 440 нм, чувствительность 2. Раствор сравнения – дистиллированная вода с теми же реактивами, кроме стандартного раствора.

После колориметрирования строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс массовую концентрацию общего железа в %, по оси ординат – соответствующее значение оптической плотности – Д.

Определение кремния в алюминиевых сплавах

Реактивы:

1. Смесь кислот: HNO_3 , HCl , H_2SO_4 .
2. Соляная кислота – 2 %-ный раствор.
3. Серная кислота (1:1).
4. Плавиковая кислота.
5. Муфельная печь.

Подготовка к анализу:

1. Приготовление смеси кислот; отмеряют 200 см³ конц. HNO_3 , 100 см³ соляной кислоты (1:1) и 600 см³ серной кислоты (1:1).
2. Приготовление 2 % раствора HCl ; 45,5 см³ HCl переносят в мерную колбу на 1 дм³ и доводят до метки дистиллированной водой.
3. Приготовление серной кислоты: смешивают 100 см³ H_2SO_4 и 100 см³ дистиллированной воды.

Подготовка к анализу:

0,2 г сплава растворяют в 100 см³ смеси кислот в колбе на 250 см³. После растворения содержимое колбы выпаривают до выделения белых густых паров (мокрых солей), немного охладив, соли в колбе растворяют в 10 см³ HCl (1:1) и 150 см³ горячей воды при нагревании. Нерастворившийся осадок немедленно фильтруют через фильтр белая лента (двойной). Промывают 8-10 раз горячим 2 % раствором соляной кислоты и 3 раза горячей дистиллированной водой. Промытый осадок вместе с фильтром помещают в платиновый тигель (предварительно взвешенный и просушенный) и подсушивают.

Затем осторожно озоляют, не давая бумаге воспламениться. Прокаливают при температуре 900-1000°C, охлаждают и взвешивают. Далее прокаленный осадок кремниевой кислоты, загрязненной примесями, обрабатывают плавиковой кислотой, для чего в тигель приливают 3-4 капли H_2SO_4 (1:1) и 5 см³ HF (плавиковая кислота), осторожно выпаривают до полного удаления белых паров и снова прокаливают при температуре 900-1000°C;

Расчет:

$$\text{Si \%} = \frac{(T - T_1) * 0,4675 * 100}{T_2}, \text{ где}$$

T – масса тигля с осадком,

T₁ – масса тигля без осадка,

0,4675 – коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний,

T₂ – навеска сплава.

Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице:

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
от 0,3 до 0,5	0,05
св. 0,5 до 2,0	0,07
св. 2,0 до 5,0	0,1
св. 5,0 до 8,0	0,2
св. 8,0 до 10,0	0,35
св. 10,0 до 30,0	0,45

Титрометрический метод определения цинка в алюминиевых сплавах

Реактивы:

1. Едкий калий или натрий – 25 % растворы.
2. Соляная кислота (1:1).
3. Серная кислота (1:5).
4. Фтористый аммоний или натрий – 3,5 % раствор.
5. Кислота винная – 50 % раствор.
6. Метиловый красный 0,1 % раствор.
7. Трилон Б – 0,02 N раствор.
8. Хром темно-синий – 0,5 % раствор.
9. Азотнокислый свинец – 0,02 N раствор.
10. Стандартный раствор цинка 0,02 N раствор.

Подготовка к анализу:

1. Приготовление 0,02 N раствора трилона Б: 3,7226 г трилона Б растворяют в 1дм³ дистиллированной воды, титр определяют по стандартному раствору цинка. Устанавливают также соотношение растворов трилона Б и раствора азотнокислого свинца:
2. Стандартный раствор цинка: 1 г цинка растворяют в 50 см³ H₂SO₄ (1:5). После растворения переносят в мерную колбу на 500 см³, нейтрализовать 25 % NH₄OH до покраснения бумаги КОНГО. Затем долить до метки, перемешать.
1 см³ раствора содержит 0,02 г цинка .
3. Приготовление 0,02 N раствора азотнокислого свинца: 3,31 г NH₃Pv растворяют в 1дм³ дистиллированной воды.
4. Кислота винная 50 % - 50 г кислоты переносят в мерный стакан на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.
5. Фтористый аммоний 3,5 % - 3,5 г NH₄F переносят в мерный стакан на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.
6. Едкий калий 25 % - 25 г NaOH или KOH переносят в мерный стакан на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Установка титра трилона Б.

1. В коническую колбу на 250 см³ прибавляют 5 см³ стандартного раствора цинка и доливают до 100 см³ дистиллированной водой.
2. Нейтрализуют раствор 25 % раствором аммиака по метиловому красному и приливают в избытке 5 см³ NH₄OH, приливают 10-15 капель хром темно-синего и оттитровывают раствором трилона Б до перехода розовой окраски в синюю.

$$T_{\text{тр.Б}} = a \cdot V$$

в ; где

Теоретически $T_{\text{тр.Б}} = 0,00065$

a – количество цинка в 1 см³ стандартного раствора.

V – количество стандартного раствора Zn, взятого для установки титра.

v – количество трилона Б, израсходованного на титрование стандартного раствора цинка в см³.

Установка соотношения растворов трилона Б и азотнокислого свинца.

В коническую колбу, на 250 см³ приливают 100 см³ дистиллированной воды, 5 см³ 25 % аммиака, 20 см³ 0,02N раствора трилона Б и 10-15 капель хром темно-синего.

Полученный раствор оттитровывают раствором азотно-кислого свинца 0,02N до перехода окраски синей в розовую:

$$C = \frac{20}{V} ; \text{ где}$$

V – количество NH_3Pv израсходованного на титрование 20 см^3 раствора трилона Б.

Проведение анализа:

1. Навеску 1 г поместить в стакан.

Во избежание разбрызгивания стакан накрыть часовым стеклом и осторожно небольшими порциями прибавляют 50 см^3 25 % раствора едкого натрия или калия. Растворение сначала вести без нагревания, а затем при легком нагревании.

2. По растворению приливают 20 см^3 дистиллированной воды, нагревают до кипения. Полученный щелочной раствор вместе с нерастворившимся осадком переносят в мерную колбу на 500 см^3 . Охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

3. Часть раствора отфильтровывают, отбросив первую порцию и берут аликвоту 100 см^3 , переносят в коническую колбу на 500 см^3 . К аликвоте прибавляют 60 см^3 3,5 % раствора фтористого натрия, 5 см^3 50 % раствора винной кислоты, 3-4 капли метилового красного, дают постоять 10-15 минут.

4. В полученный раствор приливают 20 см^3 (при малом содержании цинка – 10 см^3) раствора трилона Б, дают постоять 10-15 мин. Добавляют 15-20 капель индикатора хром темно-синего и титруют раствором азотнокислого свинца до перехода синей окраски в розовую.

$$\text{Zn \%} = \frac{(a-b) \cdot T \cdot 500 \cdot 100}{m} ; \text{ где}$$

a – количество трилона Б в см^3 прибавленное в раствор.

b – количество азотнокислого свинца, затраченного на титрование.

T – титр трилона Б, выраженный в г Zn (теоретически T = 0,00065).

V – объем аликватной части.

m – навеска сплава.