

**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.**

**М Е Т О Д И К А**  
**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 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.
2. Приготовление едкого натрия 0,1N раствора:  
4 г NaOH растворяют в дистиллированной воде и после охлаждения доводят объем до 1 дм<sup>3</sup> или готовят из фиксаля.
3. Приготовление бромтимолового синего: навеску 0,1 г бромтимолового синего, переносят в мерный стакан на 100 см<sup>3</sup>, и доводят до метки 96 % спиртом.
4. Приготовление калия, натрия щавелевокислого – 10 % раствор;  
10 г KNa – щавелевокислого переносят в мерный стакан на 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.
5. Приготовление 10 % раствора сегнетовой соли.

### -С<sub>4</sub> Н<sub>4</sub> К Na О<sub>6</sub>:

10 г сегнетовой соли переносят в мерный стакан на 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор свежеприготовленный.

### Проведение анализа:

Навеску алюминиевого сплава 0,1 г помещают в колбу на 100см<sup>3</sup> растворяют в 5 см<sup>3</sup> HCL (1:1), выпаривают до выпадения осадка (мокрых солей); приливают 50 см<sup>3</sup> горячей дистиллированной воды.

Затем раствор охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Делят раствор на 2 равные части по 50 см<sup>3</sup> каждая. Отобранную каждую часть раствора помещают в колбу на 200 см<sup>3</sup> и 500 см<sup>3</sup>. К каждой порции раствора приливают по 5 см<sup>3</sup> 10 % раствора маннита. Через 5 минут в колбу с раствором на 200 см<sup>3</sup> прибавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> прибавляют 10 см<sup>3</sup> 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: (HNO<sub>3</sub>, HCL, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).
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 см<sup>3</sup> азотной кислоты с 20 см<sup>3</sup> мл соляной кислоты и 60 см<sup>3</sup> серной кислоты, затем готовят раствор соотношением (1:1), т.е. берут 100 см<sup>3</sup> смеси кислот и 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

2. Приготовление индикатора метилрот:

Навеску 0,1 г метилрота растворяют в 100 см<sup>3</sup> этилового спирта.

### Проведение анализа:

Навеску стружки, 0,2 г помещают в коническую колбу на 250 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> смеси кислот, кипятят при умеренном нагревании до растворения стружки. Раствор охлаждают. Затем приливают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 5 см<sup>3</sup> хлористого аммония – 2 % раствора, далее весь раствор переносят в мерную колбу на 250 см<sup>3</sup>. (Если весь раствор переносят в мерную колбу на 250 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> – доводят до метки дистиллированной водой и отбирают аликвоту – 100 см<sup>3</sup> в коническую колбу на 250 см<sup>3</sup>, 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  $100\text{ см}^3$  и доводят до метки дистиллированной водой.
2. Приготовление основного стандартного раствора железа  $FeSO_4$ :
  - а) навеску 8,833 г.  $FeSO_4$  растворяют в  $1\text{ дм}^3$  дистиллированной воды, подкисляют 1-2  $\text{см}^3$  концентрированной соляной кислоты. 1  $\text{см}^3$  этого раствора содержит 1 мг Fe.
  - б) Затем из этого раствора берут 100  $\text{см}^3$  и переносят в мерную колбу на  $1\text{ дм}^3$ , доводят до метки дистиллированной водой. Этот раствор содержит в 1  $\text{см}^3$  – 0,1 мг Fe или навеску 2,208 г  $FeSO_4$  и растворяют в 250  $\text{см}^3$  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  $\text{см}^3$  соляной кислоты (1:1) при умеренном нагревании. Чтобы не было потерь, навеску надо

брать в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> в мерную колбу на 50 см<sup>3</sup> приливают 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 5 см<sup>3</sup> 10 % раствора сульфосалициловой кислоты, приливают также 3 см<sup>3</sup> аммиака концентрированного. Доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Затем колориметрируют на ФЭКе в кювете на 20 см<sup>3</sup> 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.

<b>Массовая доля железа, %</b>	<b>Абсолютные допустимые расхождения, %</b>
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 см<sup>3</sup> микропипеткой отмерить 0,2; 0,5; 0,8; 1,0; 1,5 см<sup>3</sup> – стандартного раствора железа, что соответствует – 0,2; 0,5; 0,8; 1,0; 1,5;- 2,0 % железа. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> сульфосалициловой кислоты и 3 см<sup>3</sup> 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:  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
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 см<sup>3</sup> конц.  $\text{HNO}_3$ , 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и 600 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1).
2. Приготовление 2 % раствора  $\text{HCl}$ ; 45,5 см<sup>3</sup>  $\text{HCl}$  переносят в мерную колбу на 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.
3. Приготовление серной кислоты: смешивают 100 см<sup>3</sup>  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### Подготовка к анализу:

0,2 г сплава растворяют в 100 см<sup>3</sup> смеси кислот в колбе на 250 см<sup>3</sup>. После растворения содержимое колбы выпаривают до выделения белых густых паров (мокрых солей), немного охладив, соли в колбе растворяют в 10 см<sup>3</sup>  $\text{HCl}$  (1:1) и 150 см<sup>3</sup> 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  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:1) и 5 см<sup>3</sup>  $\text{HF}$  (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,

T<sub>1</sub> – масса тигля без осадка,

0,4675 – коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний,

T<sub>2</sub> – 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 1дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:5). После растворения переносят в мерную колбу на 500 см<sup>3</sup>, нейтрализовать 25 % NH<sub>4</sub>OH до покраснения бумаги КОНГО. Затем долить до метки, перемешать.  
1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,02 г цинка .
3. Приготовление 0,02 N раствора азотнокислого свинца: 3,31 г NH<sub>3</sub>Pv растворяют в 1дм<sup>3</sup> дистиллированной воды.
4. Кислота винная 50 % - 50 г кислоты переносят в мерный стакан на 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.
5. Фтористый аммоний 3,5 % - 3,5 г NH<sub>4</sub>F переносят в мерный стакан на 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.
6. Едкий калий 25 % - 25 г NaOH или КОН переносят в мерный стакан на 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

### **Установка титра трилона Б.**

1. В коническую колбу на 250 см<sup>3</sup> прибавляют 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора цинка и доливают до 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой.
2. Нейтрализуют раствор 25 % раствором аммиака по метиловому красному и приливают в избытке 5 см<sup>3</sup> NH<sub>4</sub>OH, 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 см<sup>3</sup> стандартного раствора.

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

$v$  – количество трилона Б, израсходованного на титрование стандартного раствора цинка в см<sup>3</sup>.

### **Установка соотношения растворов трилона Б и азотнокислого свинца.**

В коническую колбу, на 250 см<sup>3</sup> приливают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> 25 % аммиака, 20 см<sup>3</sup> 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  $\text{NH}_3\text{Pb}$  израсходованного на титрование 20  $\text{см}^3$  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  $\text{см}^3$  25 % раствора едкого натрия или калия. Растворение сначала вести без нагревания, а затем при легком нагревании.

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

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

4. В полученный раствор приливают 20  $\text{см}^3$  (при малом содержании цинка – 10  $\text{см}^3$ ) 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  $\text{см}^3$  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.