

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения алюминия

Magnesium alloys.
Methods for determination of aluminium

ГОСТ
3240.1—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

1. Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,5 до 12 %) и фотометрический метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,003 до 0,4 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении алюминия из раствора добавлением бензойнокислого аммония. После растворения осадка в соляной кислоте алюминий связывают при нагревании раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б), которую прибавляют с избытком. Избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка при pH 5,5—5,8, применяя в качестве индикатора ксиленоловый оранжевый.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор, разбавленный 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор, разбавленный 1:5.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, 50 %-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Раствор буферный с pH 5,8; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см³ воды и прибавляют 20 см³ уксусной кислоты.

Аммоний бензойнокислый, 10 и 0,5 %-ный растворы.

Метиловый оранжевый (индикатор), 0,1 %-ный раствор; готовят и хранят по ГОСТ 4919.1.

Ксиленоловый оранжевый, 0,1 %-ный раствор; готовят и хранят по ГОСТ 4919.1.

Цинк по ГОСТ 3640.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,05 М раствор: 18,613 г трилона Б растворяют в 600 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Титр раствора трилона Б определяют следующим образом: 1 г цинка растворяют в 50 см³ соляной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,001 г цинка.

С. 2 ГОСТ 3240.1-76

10 см³ этого раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до 100 см³, вводят 1—2 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют аммиаком до желтой окраски. В колбу приливают 20 см³ буферного раствора и титруют раствором трилона Б с использованием ксиленолового оранжевого до перехода окраски раствора из красной в желтую.

Титр раствора трилона Б (Т), выраженный в г/см³ алюминия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V \cdot 2,423},$$

где m — масса навески цинка, взятая для установки титра, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

2,423 — коэффициент пересчета цинка на алюминий.

Цинк уксуснокислый, 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³: 10,95 г уксуснокислого цинка растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 2 см³ уксусной кислоты и разбавляют до 1 дм³ водой.

Соотношение раствора трилона Б и раствора уксуснокислого цинка устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 10 см³ раствора трилона Б и разбавляют водой до 100—150 см³. Раствор нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:5, до желтой окраски метилового оранжевого, добавляют 20 см³ буферного раствора, несколько капель индикатора и титруют раствором уксуснокислого цинка до розовой окраски.

Соотношение концентраций раствора трилона Б и раствора уксуснокислого цинка (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, взятый для титрования, см³;

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора трилона Б, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

Массу навески сплава берут в зависимости от содержания алюминия в количестве, указанном в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески сплава, г
От 0,5 до 2,0	1,0
Св. 2,0 » 4,0	0,5
» 4,0 » 8,0	0,25
» 8,0 » 10,0	0,2
» 10,0 » 12,0	0,1

Навеску помещают в стакан вместимостью 400 см³, прибавляют 20 см³ воды и небольшими порциями 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После окончания растворения добавляют несколько капель азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота.

Охлажденный раствор нейтрализуют аммиаком до образования муты, которую растворяют несколькими каплями соляной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 5 см³ раствора уксуснокислого натрия и осторожно нейтрализуют раствор по бумаге «конго» соляной кислотой, разбавленной 1:1, до перехода окраски бумаги «конго» из красной в фиолетовую.

К раствору прибавляют 25 см³ 10 %-ного раствора бензойнокислого аммония, разбавляют горячей водой до 300 см³, перемешивают стеклянной палочкой и нагревают до кипения.

После выпадения осадка стакан снимают с плиты, оставляют на 10—15 мин в теплом месте и отфильтровывают на двойной фильтр средней плотности.

Стакан и осадок промывают 6—8 раз 0,5 %-ным раствором бензойнокислого аммония. Осадок смывают струей горячей воды в тот же стакан, где проводилось растворение навески, затем фильтр промывают 25 см³ горячей соляной кислотой и 5—6 раз горячей водой. Раствор нагревают до полного растворения осадка, выпаривают до объема 100 см³ и прибавляют раствор трилона Б 20—25 см³. Затем

раствор нагревают до кипения, нейтрализуют аммиаком до желтой окраски метилового оранжевого, прибавляют 20 см³ буферного раствора, охлаждают, добавляют 5—7 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{[V_3 - (V_4 - K)] \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, добавленный к испытуемому раствору, см³;

V_4 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K — соотношение концентраций раствора трилона Б и раствора уксуснокислого цинка;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в г/см³ алюминия;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

2.5 Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли алюминия от 0,5 до 12 % используют государственные стандартные образцы, отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли алюминия, используя метод добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1,5	0,05
Св. 1,5 » 4,0	0,15
» 4,0 » 8,0	0,2
» 8,0 » 12,0	0,3

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании алюминием с эриохромцианином R комплексного соединения при pH 5,8, окрашенного в малиново-красный цвет. Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda_{max} = 538$ нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФ-4А или фотоколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, пергнанная, растворы разбавленный 1:1 и 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор, разбавленный 1:5.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный свежеприготовленный раствор.

Эриохромцианин R , 0,05 %-ный раствор; готовят следующим образом: 0,1 г эриохромцианина R растворяют в 195 см³ воды с добавлением 5 см³ уксусной кислоты.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Раствор буферный с pH 5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды и приливают 20 см³ уксусной кислоты.

Бумага «конго».

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517.

Посуда, промытая кипячением с соляной кислотой и бидистиллированной водой.

Кислота фениларсоновая, 1 %-ный раствор.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962*.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

С. 4 ГОСТ 3240.1-76

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор; готовят следующим образом: 1 г трилона Б растворяют в 95 см³ воды с добавлением 5 см³ этилового спирта.

Магний по ГОСТ 804 степени чистоты не менее 99,9 %, содержащий не более 0,003 % алюминия. Алюминий по ГОСТ 11069 марки А195.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1 и доводят до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. (Исключен, Изм. № 1).

3.3.2. Проведение анализа при отсутствии циркония и бериллия

Массу навески сплава 0,1 г растворяют в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

При массовой доле алюминия в сплаве до 0,009 % фотометрируют весь раствор. При массовой доле алюминия в сплаве выше 0,009 % отбирают аликовтные части, указанные в табл. 3, из мерной колбы вместимостью 100 см³, которую доливают до метки водой и перемешивают. Приливают 20–30 см³ воды, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге «конго» до темно-сириевого цвета.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Объем аликовтной части раствора, см ³
От 0,003 до 0,009	Весь раствор
Св. 0,009 » 0,04	20
» 0,04 » 0,2	5
» 0,2 » 0,4	2

К нейтрализованному раствору прибавляют пипеткой 2 см³ аскорбиновой кислоты, 2 см³ эриохромцианина R и выдерживают в течение 15 мин. Затем прибавляют 10 см³ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов при $\lambda_{max} = 538$ нм, пользуясь соответствующими кюветами. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.3. Проведение анализа в присутствии циркония

0,5 г навески растворяют при нагревании в 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и прибавляют 50 см³ горячей воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, прибавляют 5 см³ фениларсоновой кислоты на каждый 1 % циркония в сплаве и раствор осторожно нагревают до кипения. Охлажденный раствор доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют.

В зависимости от массовой доли алюминия в сплаве отбирают аликовтные части раствора, указанные табл. 4.

Аликовтную часть раствора помещают в колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до 30 см³, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге «конго» до темно-сириевого цвета и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.4. Проведение анализа в присутствии бериллия

Для каждого определения берут две аликовтные части раствора, приготовленного, как указано в п. 3.3.2. С одной аликовтной частью раствора поступают, как указано в п. 3.3.2, затем измеряют оптическую плотность. В другую аликовтную часть добавляют 5 см³ раствора трилона Б, нейтрализуют аммиаком по бумаге «конго» до темно-сириевого цвета и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.2,

Таблица 4

Массовая доля алюминия, %	Объем аликовтной части раствора, см ³
От 0,003 до 0,009	25
Св. 0,009 » 0,04	10
» 0,04 » 0,20	2
» 0,20 » 0,4	1

затем измеряют оптическую плотность. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта с добавлением 5 см³ раствора трилона Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ приливают по 30 см³ воды, по 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:5, и добавляют стандартного раствора Б 0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см³, что соответствует 0; 2 · 10⁻⁶; 3 · 10⁻⁶; 5 · 10⁻⁶; 7 · 10⁻⁶ и 1 · 10⁻⁵ г алюминия. Растворы кипятят, охлаждают, проводят нейтрализацию по бумаге «Конго» до темно-сириевого цвета и далее прибавляют все реактивы, как указано в п. 3.3.1. По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям алюминия строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю алюминия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V_1 \cdot 100}{m_1 \cdot V_2},$$

где m — количество алюминия, найденное по градуировочному графику, г;

V_1 — объем исходного раствора, см³;

V_2 — объем аликовой части раствора, см³;

m_1 — масса навески сплава, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

3.6. Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли алюминия от 0,003 до 0,4 % используют государственные стандартные образцы, отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль правильности результатов определения алюминия, используя метод добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. АТОМНО-АБСОРБИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии азотной кислоты и последующем измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени ацетилен — закись азота. Высота фотометрируемого участка 2 см. Компоненты магниевых сплавов, а также примеси помех анализу не оказывают, однако для идентификации условий распыления анализируемых, а также градуировочных растворов необходимо примерное уравнивание содержания кислот, а также основы сплава в градуировочных и анализируемых растворах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 перегнанная, плотностью 1,12 г/см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

Закись азота в баллонах медицинская.

Калий хлористый по НТД, 10 %-ный раствор.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Раствор магния в 50 г/дм³: 50 г магния осторожно растворяют в 800 см³ соляной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки и перемешивают.

Таблица 5

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,003 до 0,01	0,001
Св. 0,01 « 0,03	0,004
« 0,03 « 0,09	0,01
« 0,09 « 0,20	0,02
« 0,20 « 0,40	0,03

С. 6 ГОСТ 3240.1-76

Алюминий первичный по ГОСТ 11069, марки А 99.

Стандартный раствор алюминия: 1 г металлического алюминия растворяют в 50 см³ соляной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг алюминия.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 15 см³ соляной кислоты 1:1 с последующим окислением 5—10 каплями азотной кислоты. Раствор кипятят для удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора хлорида калия, доливают водой до метки и перемешивают.

Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

Измеряют атомную абсорбцию алюминия в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика на атомно-абсорбционном спектрофотометре относительно дистиллированной воды при длине волны 309,3 нм в пламени ацетилен — закись азота.

Концентрацию алюминия в пробе и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

4.3.2. Построение градуировочного графика

В серию мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 4 см³ раствора магния, по 5 см³ раствора хлорида калия, а также 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 мг алюминия, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию алюминия согласно п. 4.3.1.

Из полученных значений атомной абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, вычисляют значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор, и по полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, взятая для спектрофотометрирования, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,0	0,05
Св. 2,0 » 6,0	0,07
» 6,0 » 12,0	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Контроль точности измерений

4.5.1. Контроль точности измерений массовой доли алюминия проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889
3. ВЗАМЕН ГОСТ 3240-56 в части разд. V
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315-97	2.5, 3.6	ГОСТ 4461-77	2.2, 4.2
ГОСТ 61-75	2.2, 3.2	ГОСТ 4517-87	3.2
ГОСТ 199-78	2.2	ГОСТ 4919.1-77	2.2
ГОСТ 804-93	3.2, 4.2	ГОСТ 5457-75	4.2
ГОСТ 3117-78	2.2, 3.2	ГОСТ 5823-78	2.2
ГОСТ 3118-77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 5962-67	3.2
ГОСТ 3240.0-76	1.1	ГОСТ 10652-73	2.2, 3.2
ГОСТ 3640-94	2.2	ГОСТ 11069-2001	3.2, 4.2
ГОСТ 3760-79	2.2, 3.2	ГОСТ 25086-87	2.5, 3.6

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2-92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2-93)
6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11-87)