

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ**Методы определения алюминия****ГОСТ
1953.8—79**

Tin bronze. Methods for the determination of aluminium

ОКСТУ 1709

Дата введения **01.01.81**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения алюминия (от 0,001 % до 0,25 %) и атомно-абсорбционный метод определения алюминия (от 0,01 % до 0,25 %) в оловянных бронзах по ГОСТ 5017, ГОСТ 614 и ГОСТ 613.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1532—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ
С ЭРИОХРОМЦИАНИНОМ (от 0,001 % до 0,06 %)****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплекса алюминия с эриохромцианином после предварительного удаления олова в виде тетрабромидов и отделения алюминия от мешающих элементов гидроокисью натрия в присутствии бутилового спирта, предотвращающего сорбцию алюминия на гидроокисях металлов.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1 моль/дм³ раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1 и 1:50.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота хлорная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Бром по ГОСТ 4109.

Бромная смесь, свежеприготовленная; готовят следующим образом: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199 и 2 моль/дм³ раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 100 и 20 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Буферный раствор рН6; готовят следующим образом: 40 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм³ воды. Проверяют и устанавливают рН раствора на рН-метре, добавляя гидроокись натрия или уксусную кислоту.

Мочевина по ГОСТ 6691.

Эриохромцианин R, водный раствор 0,7 г/дм³; готовят следующим образом: 0,7 г эриохромцианина растворяют в 2 см³ азотной кислоты при постоянном перемешивании в течение 2 мин, добавляют 60 см³ воды, 0,3 г мочевины и выдерживают 24 ч в темном месте. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Хранят в темной склянке.

Квасцы железоаммонийные по НД, раствор 100 г/дм³ готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см³ с добавлением 1 см³ концентрированной серной кислоты и разбавляют водой до 100 см³.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6066.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1:99, свежеприготовленная.

Алюминий по ГОСТ 11069, марки А999.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,000005 г алюминия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 10 см³ бромной смеси, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют по каплям бром. По окончании растворения приливают к раствору 20 см³ хлорной кислоты и упаривают раствор при умеренном нагревании до выделения густого белого дыма хлорной кислоты, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и повторяют упаривание до появления густого белого дыма хлорной кислоты. Затем раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой, растворяют соли, добавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Растворяют соли при нагревании в 50 см³ воды и отфильтровывают осадок сульфата свинца на плотный фильтр. Осадок на фильтре промывают 3—5 раз серной кислотой, разбавленной 1:50, и отбрасывают. Фильтрат нагревают до кипения и переносят горячий раствор в мерную колбу вместимостью 200 см³, ополаскивая стенки стакана горячей водой, добавляют 5 см³ бутилового спирта и перемешивают. Затем в колбу постепенно добавляют при хорошем перемешивании при навеске 0,25—25 см³ раствора гидроокиси натрия (200 г/дм³) и 20 см³ при навеске 0,1 г. Дозировка щелочи должна быть точной. Раствор охлаждают, смесь разбавляют водой до метки, перемешивают и оставляют для отстаивания осадка.

Раствор фильтруют в сухой стакан через сухой плотный фильтр и сухую воронку.

В зависимости от массовой доли алюминия в анализируемом образце для проведения анализа используют или весь фильтрат, или отбирают аликвотную часть (см. табл. 1).

Т а б л и ц а 1

| Массовая доля алюминия, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части, см ³ |
|---------------------------|------------------|---|
| От 0,001 до 0,005 | 0,25 | Весь объем |
| Св. 0,005 » 0,02 | 0,1 | Весь объем |
| » 0,02 » 0,04 | 0,1 | 100,0 |
| » 0,04 » 0,06 | 0,1 | 50,0 |

Если для анализа используют весь раствор, то отфильтровывают весь осадок и промывают 2—3 раза раствором гидроокиси натрия (20 г/дм³). Затем раствор нейтрализуют концентрированной соляной кислотой до рН 3 по универсальной индикаторной бумаге и упаривают до объема 25 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают стенки стакана водой так, чтобы объем раствора в мерной колбе не превышал 30 см³.

Если для анализа используют аликвотную часть (см. табл. 1), то отфильтрованный раствор нейтрализуют до рН 3 концентрированной соляной кислотой и далее поступают, как указано выше.

К анализируемому раствору в мерной колбе вместимостью 100 см³ добавляют 1 каплю раствора железоаммонийных квасцов, 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты и по каплям раствор аммиака до появления грязно-фиолетовой окраски тиогликолята железа. Затем по каплям прибавляют 1 моль/дм³ раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора и сверх этого 0,5 см³ избытка, добавляют 20 см³ раствора эриохромцианина R, 30 см³ буферного раствора и разбавляют водой до метки. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром или спектрофотометре при 535 нм в кювете 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

2.3.2. Построение градуировочных графиков

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б алюминия, разбавляют водой до 30 см³ и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — навеска, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1а.

Т а б л и ц а 1а

| Массовая доля алюминия, % | d , % | D , % | Массовая доля алюминия, % | d , % | D , % |
|---------------------------|---------|---------|---------------------------|---------|---------|
| От 0,001 до 0,005 включ. | 0,0005 | 0,0007 | От 0,05 до 0,10 включ. | 0,008 | 0,01 |
| Св. 0,005 » 0,01 » | 0,002 | 0,003 | Св. 0,10 » 0,15 » | 0,010 | 0,014 |
| » 0,01 » 0,03 » | 0,003 | 0,004 | » 0,15 » 0,25 » | 0,015 | 0,021 |
| » 0,03 » 0,05 » | 0,005 | 0,007 | | | |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ХРОМАЗУРОЛОМ И НЕИОННОГЕННЫМИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ (от 0,001 % до 0,06 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса алюминия с хромазуолом S и неионногенными поверхностно-активными веществами.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

рН-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот для растворения, свежеприготовленная; готовят следующим образом: смешивают 100 см³ азотной, 300 см³ соляной кислот и 400 см³ воды.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1:10, свежеприготовленная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Буферный раствор с рН 7; готовят следующим образом: 100 г безводного или 165 г кристаллического уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм³ воды и добавлением уксусной кислоты с помощью рН-метра устанавливают рН 7,0.

Синтанол ДС-10, допускается применение ОП-10 и ОП-7.

Хромазуrol S, $5 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ водный раствор, содержащий 7,5 г/дм³ синтанол ДС-10 (ОП-10, ОП-7).

Алюминий по ГОСТ 11069, марки А—999 или 9999.

Стандартный раствор алюминия. Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0002 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,000002 г алюминия.

Медь металлическая по ГОСТ 859, марки М0 или М00.

Раствор меди; готовят следующим образом: 10 г меди растворяют в 80 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и после полного растворения навески переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава (см. табл. 2) помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, добавляют 20 см³ смеси кислот для растворения, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После полного растворения навески раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Т а б л и ц а 2

| Массовая доля алюминия, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части, см ³ | Объем добавленного раствора меди, см ³ |
|---------------------------|------------------|---|---|
| От 0,001 до 0,005 | 1,0 | 10 | — |
| Св. 0,005 » 0,015 | 1,0 | 5 | 1,0 |
| » 0,015 » 0,06 | 0,5 | 2 | 1,8 |

Аликвотную часть полученного раствора (см. табл. 2) помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют раствор меди в количестве, указанном в табл. 2, разбавляют до 10 см³, прибавляют 7 см³ раствора гидроокиси натрия, 10 см³ тиогликолевой кислоты и перемешивают до полного растворения осадка. Затем устанавливают раствором гидроокиси натрия или азотной кислотой, разбавленной 1:1, рН7 по рН-метру или универсальной индикаторной бумаге, добавляют 5 см³ раствора хромазуrolа S, содержащего синтанол ДС-10 (ОП-10, ОП-7), 5 см³ буферного раствора, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют до метки водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см на фотоэлектроколориметре ФЭК-Н-57 с красным светофильтром № 8 или на спектрофотометре при 655 нм по отношению к раствору сравнения.

Для приготовления раствора сравнения в стакан вместимостью 50 см³ помещают 2 см³ раствора меди и далее поступают, как при выполнении анализа (п. 3.3.1).

3.3.2. Построение градуировочного графика

С. 5 ГОСТ 1953.8—79

В стаканы вместимостью по 50 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ раствора Б алюминия, добавляют 2 см³ раствора меди и далее анализ ведут, как указано при выполнении анализа (п. 3.3.1), используя в качестве раствора сравнения раствор, не содержащий алюминия.

3.4. Обработка результатов

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

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

где m — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для анализа, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости), указанных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.4.4.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

(от 0,01 % до 0,25 %)

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании алюминием окрашенного комплексного соединения с эриохромцианином R и измерении его оптической плотности после отделения меди электролизом.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

pH-метр.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1 моль/дм³ раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 10 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1:99, свежеприготовленная.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения свежеприготовленная; готовят следующим образом: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1 и 1:10.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 20 г/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрия гидрат окиси (едкий натр) по ГОСТ 4328, 1 моль/дм³ раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199 и 2 моль/дм³ раствор.

Натрий серноватисто-кислый по НД, раствор 50 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691.

Квасцы железоаммонийные по НД, раствор 100 г/дм³; готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см³ воды и 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор разбавляют водой до 100 см³.

Буферный раствор с рН6 готовят следующим образом: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 см³ воды. Устанавливают рН раствора на pH-метре, добавляя раствор гидроокиси натрия или уксусную кислоту.

Эриохромцианин R , водный раствор 7 г/дм³; готовят следующим образом: 0,7 г эриохромцианина R растворяют в 2 см³ концентрированной азотной кислоты при постоянном перемешивании в течение 2 мин. Добавляют 60 см³ воды, 0,3 г мочевины и выдерживают 24 ч в темном месте. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Хранят в темной склянке.

Алюминий по ГОСТ 11069 с массовой долей алюминия не менее 99,9 %.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,000005 г алюминия.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 15 см³ смеси для растворения при нагревании. После растворения раствор выпаривают досуха. Повторяют еще два раза добавление 15 см³ смеси для растворения и выпаривание досуха.

К сухому остатку добавляют 10 см³ концентрированной азотной кислоты, раствор выпаривают до влажного остатка и эту операцию повторяют два раза. К влажному, охлажденному остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, разбавляют водой до объема 150 см³ и выделяют медь электролизом по ГОСТ 1953.1. В электролит добавляют 2 г хлористого аммония, 1 см³ раствора железомонийных квасцов, нагревают до 50—60 °С и добавляют аммиак, разбавленный 1:1, до выпадения осадка гидроокисей железа и алюминия. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте в течение 10—15 мин, раствор отфильтровывают на неплотный фильтр и осадок промывают 5—6 раз раствором хлористого аммония. Промытый осадок смывают с фильтра струей горячей воды в стакан, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают сначала 3 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, а затем горячей водой и раствор нагревают до полного растворения осадка. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. В зависимости от содержания алюминия отбирают аликвотную часть раствора (табл. 3) и помещают в стакан или мерную колбу вместимостью 100 см³.

Т а б л и ц а 3

| Массовая доля алюминия, % | Объем аликвотной части раствора, см ³ |
|---------------------------|--|
| От 0,01 до 0,025 | 20 |
| Св. 0,025 » 0,05 | 10 |
| » 0,05 » 0,1 | 5 |
| » 0,1 » 0,25 | 2 |

К аликвотной части раствора в мерной колбе добавляют воду до 20 см³, 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты, аммиак, разбавленный 1:1 до появления окраски тиогликолята железа, затем прибавляют 1 моль/дм³ раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора и 0,5 см³ избытка кислоты. Добавляют 20 см³ раствора эриохромцианина R, 30 см³ буферного раствора, доливают до метки водой и перемешивают.

При установлении pH раствора по pH-метру к аликвотной части раствора в стакане добавляют воду до 20 см³, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора серноватистоокислого натрия, спустя 5—10 мин, добавляют 20 см³ раствора эриохромцианина R и устанавливают pH по pH-метру аммиаком, разбавленным 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 30 см³ буферного раствора, доливают до метки водой и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см или на спектрофотометре при длине волны 535 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

4.3.2. Построение градуировочного графика

В пять из шести стаканов или мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б алюминия. Во все стаканы или колбы добавляют до 20 см³ воды, 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты или 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

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

С. 7 ГОСТ 1953.8—79

где m — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;
 m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.1—4.4.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводить, как указано в п. 2.4.4.

4.4.3, 4.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения света атомами алюминия, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-закись азота.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для алюминия.

Установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и 2 моль/дм³ раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения свежеприготовленная; готовят следующим образом: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069, с массовой долей алюминия не менее 99,9 %.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты с добавлением 2—3 см³ перекиси водорода. Удаляют избыток перекиси водорода кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г алюминия.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и осторожно добавляют 15 см³ смеси для растворения. После растворения осторожно выпаривают раствор досуха. Выпаривание с 15 см³ смеси для растворения повторяют еще дважды, выпаривая в каждом случае раствор досуха. К сухому остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния. Повторяют выпаривание с 10 см³ азотной кислоты, разбавляют водой до объема 150 см³ и проводят электролиз по ГОСТ 1953.1.

Электролит выпаривают до объема 10 см³, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию алюминия в пламени ацетилен-закись азота при длине волны 309,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. Построение градуировочного графика

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 и 15,0 см³ стандартного раствора Б алюминия; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора А алюминия. Во все колбы добавляют по 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и измеряют атомную абсорбцию алюминия, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация алюминия, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

5.1—5.4.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных одним из фотометрических методов, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.3, 5.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ХРОМАЗУРОЛОМ S (от 0,001 % до 0,06 %)

6.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса алюминия с хромазуолом S и измерением его оптической плотности после предварительного удаления олова в виде тетрабромида, отделении меди электролизом или отделением мешающих элементов тиоацетамидом.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 1:100 и раствор 0,1 моль/дм³.

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1:20, свежеприготовленная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1 и 1:3.

Желатин, раствор 10 г/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрий уксуснокислый.

Буферный раствор: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм³ воды. Устанавливают pH-5,7—5,8 на pH-метре, в случае необходимости добавляют раствор аммиака или уксусной кислоты.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

Тиоацетамид, раствор 50 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Хромазуол S , раствор 3 г/дм³: 0,3 г хромазуола растворяют в 30 см³ теплой воды (не выше 60 °С), 20 см³ этилового спирта, отфильтровывают и доливают водой в колбе вместимостью 100 см³ до метки.

Алюминий по ГОСТ 11069, марки А999 или А99.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

С. 9 ГОСТ 1953.8—79

1 см³ раствора содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 10 см³ соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

Раствор В: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,000005 г алюминия.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Для бронз, содержащих свинец, как примесь

Навеску сплава 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 20 см³ смеси для растворения и растворяют на холоду. Добавляют 20 см³ хлорной кислоты и отгоняют олово при умеренном нагревании до начала выделения густого белого дыма хлорной кислоты и осветления раствора. Если раствор не прозрачный, то отгонку олова с бромной смесью повторяют.

Стенки стакана ополаскивают водой и раствор упаривают до влажных солей. Затем стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 5 см³ серной кислоты (1:1) и раствор упаривают досуха. Соли растворяют в 7 см³ прокопченной азотной кислоты (1:1), добавляют 150 см³ воды, нагревают до 60—70 °С и проводят электролиз при силе тока 0,5—1 А и напряжении 2 В. Электролит упаривают до влажных солей, добавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и до метки доливают водой.

В зависимости от массовой доли алюминия в бронзе в стакан вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора: 25 см³ (от 0,001 % до 0,01 %), 10 см³ (от 0,01 % до 0,02 %), 5 см³ (от 0,02 % до 0,04 %), 2,5 см³ (от 0,04 % до 0,06 %) и упаривают почти досуха. К остатку добавляют 5 см³ соляной кислоты (0,1 моль/дм³) и нагревают до растворения. Затем разбавляют водой до 30 см³, добавляют 1 см³ раствора тиомочевины, 3 см³ раствора тиогликолевой кислоты и устанавливают рН = 4 на рН-метре раствором аммиака (1:3) или по универсальной бумаге. Затем добавляют 10 см³ раствора желатина, 3 см³ раствора хромазурола и раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 40 см³ буферного раствора, до метки доливают водой и перемешивают.

Через 40—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda_{эф} = 540—560$ нм) или на спектрофотометре при 545 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 2 или 1 см по отношению к контрольному опыту, проведенному через весь ход анализа.

6.3.2. Для бронз, содержащих свинец, как компонент

Растворение навески и отгонку олова проводят, как указано в п. 3.3.1.

К влажным солям добавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1) и раствор упаривают досуха. Упаривание повторяют еще 2 раза, каждый раз добавляют по 5 см³ соляной кислоты (1:1). К сухому остатку добавляют 2,5 см³ концентрированной соляной кислоты, 50 см³ воды, раствор нагревают и в горячий раствор добавляют 15 см³ тиацетамида при перемешивании, раствор доводят до кипения и кипятят 20 мин. Оставляют раствор на теплой бане на 1 ч. Затем осадок отфильтровывают на фильтре средней плотности с добавлением небольшого количества фильтробумажной массы. Осадок промывают соляной кислотой (1:100) 10 раз, осадок отбрасывают, а фильтрат упаривают до 3—5 см³. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора (п. 3.3.1), помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют воды до 30 см³, 3 см³ тиогликолевой кислоты и устанавливают рН = 4, на рН-метре раствором аммиака (1:3) или по универсальной бумаге. Затем добавляют 5 см³ раствора желатина, 3 см³ раствора хромазурола и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 40 см³ буферного раствора, до метки доливают водой и перемешивают. Через 40—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda_{эф} = 540—560$ нм) или на спектрофотометре при 545 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 или 1 см по отношению к контрольному опыту, проведенному через весь ход анализа, но с добавлением 2 см³ тиацетамида.

6.3.3. Построение градуировочных графиков

6.3.3.1. Для бронз, содержащих алюминий от 0,001 % до 0,005 %

В мерные колбы, вместимостью по 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора В алюминия, добавляют по 5 см³ раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм³), воды до объема 30 см³ и далее поступают, как указано в п. 3.3.1 или п. 3.3.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия. Кювета с толщиной поглощающего слоя 2 см.

6.3.3.2. Для бронз, содержащих алюминий свыше 0,005 %

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора Б алюминия, добавляют по 5 см³ раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм³), воды до объема 30 см³ и далее поступают, как указано в п. 3.3.1 или п. 3.3.2, только раствор желатина добавляют 5 см³. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия. Кювета с толщиной поглощающего слоя 1 см³.

6.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

6.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанные в табл. 1а.

6.4.3. Расхождения результатов анализа, полученные в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

6.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

6.4.5. Фотометрический метод с хромазуолом S применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз.

Разд. 6. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1532—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.7—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который даны ссылки | Номер раздела, пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который даны ссылки | Номер раздела, пункта, подпункта |
|---|----------------------------------|---|----------------------------------|
| ГОСТ 8.315—97 | 2.4.4, 5.4.3, 6.4.4 | ГОСТ 4109—79 | 2.2, 4.2, 5.2, 6.2 |
| ГОСТ 61—75 | 2.2, 3.2, 4.2, 6.2 | ГОСТ 4204—77 | 2.2, 6.2 |
| ГОСТ 199—78 | 2.2, 3.2, 4.2 | ГОСТ 4328—77 | 3.2, 4.2 |
| ГОСТ 613—79 | Вводная часть | ГОСТ 4461—77 | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2 |
| ГОСТ 614—97 | Вводная часть | ГОСТ 5017—74 | Вводная часть |
| ГОСТ 859—2001 | 3.2 | ГОСТ 6006—78 | 2.2 |
| ГОСТ 1953.1—79 | 1.1, 4.2, 5.3.1 | ГОСТ 6344—73 | 6.2 |
| ГОСТ 2062—77 | 4.2, 5.2, 6.2 | ГОСТ 6691—77 | 2.2, 4.2 |
| ГОСТ 3117—78 | 2.2, 4.2, 6.2 | ГОСТ 10929—76 | 5.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2 | ГОСТ 11069—74 | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2, 4.2, 6.2 | ГОСТ 18300—87 | 6.2 |
| ГОСТ 3773—72 | 4.2 | ГОСТ 25086—87 | 1.1, 2.4.4, 5.4.3, 6.4.4 |

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)