ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 11739.1—90, ГОСТ 11739.2—90, ГОСТ 11739.4—90, ГОСТ 11739.5—90, ГОСТ 11739.8-90 — ГОСТ 11739.10-90, ГОСТ 11739.16-90 — ГОСТ 11739.19-90, ГОСТ 11739.21—90, ГОСТ 11739.22—90, ГОСТ 11739.25—90, ГОСТ 11739.26—90

БЗ 5—90/414

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения оксида алюминия

ГОСТ 11739.1—90

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of aluminium oxide

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения оксида алюминия (при суммарной массовой доле поверхностного и включенного оксида алюминия от 0,002 до 1,0 % и при массовой доле включенного оксида алюминия от 0,002 до 0,05% соответственно) в сплавах, содержащих до 1% кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси бромистого калия, брома и этилацетата, отделении нерастворившегося оксида алюминия, сплавлении оксида алюминия с пиросернокислым калием, растворении плава, образовании фиолетово-красного комплекса алюминия с эриохромцианином — Р и измерении оптической плотности раствора при длине волны 535 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена



Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Бром по ГОСТ 4109.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—5077, свежепрокаленный при температуре (500±50) °С.

Калий бромистый по ГОСТ 4160; сушат при температуре (500±50) °С в течение 2 ч, сохраняют в эксикаторе над хлористым кальцием.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, обезвоживают прокаливанием при температуре (500±50) °С.

Эфир метиловый уксусной кислоты по ТУ 6—09—3851 (метилацетат) или эфир этиловый уксусной кислоты (этилацетат) по ТУ 6—09—667, перегоняют, отбирая фракцию метилацетата при температуре (57±1) °С, фракцию этилацетата при температуре (77±1) °С. В колбу с перегнанным эфиром вносят патрончики из фильтровальной бумаги с безводным сернокислым магнием и закрывают плотно пришлифованной пробкой.

Смесь реакционная: к 65 см³ метилацетата (этилацетата) добавляют 1,8—2,0 г бромистого калия и 7 см³ брома (для растворения пробы массой 1 г).

Смесь реакционная для промывания фильтров: готовят так же, как смесь реакционную, но из реактивов без специальной осушки; разбавляют метилацетатом (этилацетатом) в соотношении 1:10.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 или по ГОСТ 3118, перегнанная в кварцевом аппарате, плотностью 1,19 г/см³, растворы 1:1 и 0,1 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³, растворы 0,125 моль/дм³ и 0,5 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота тиогликолевая.

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 1 моль/дм³ и 0,25 моль/дм³.

Эриохромцианин — Р по ТУ 6—09—3115, раствор 1 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, плотностью 1,07 г/см³.

Аммоний уксуснокислый по ТУ 6—09—1312.

Буферный раствор с pH 6: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия помещают в стакан вместимостью 500 см³, растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают раствор водой до метки и перемешивают. Устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя в случае необходимости раствор гидроксида натрия 1 моль/дм³ или уксусную кислоту.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Стандартные растворы алюминия:

Раствор А: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании, поддерживая постоянный объем той же кислотой. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г алюминия.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. При определении суммы поверхностного и включенного оксида алюминия пробу массой 1—2 г используют без специальной обработки.

2.3.2. При определении включенного оксида алюминия используют пробу в виде пластинки массой 1—1,5 г. Перед началом анализа пластинку зачищают напильником от плены образовавшегося поверхностного оксида и хранят до взвешивания в бюксе под слоем этилового спирта (25—30 см³).

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску пробы, приготовленной по п. 2.3.1 или п. 2.3.2 (зачищенную пробу перед взвешиванием подсушивают от спирта фильтровальной бумагой), помещают в колбу вместимостью 250 см³ с обратным холодильником, в которую предварительно внесена реакционная смесь из расчета 70 см³ на 1 г пробы.

Растворение ведут при комнатной температуре, а при замедлении растворения — при нагревании на песчаной бане (температура на 10—15 °С ниже температуры кипения соответствующего эфира).

Растворение порошковых материалов вначале ведут при охлаждении, не допуская бурной реакции.

После окончания видимого растворения пробы в колбу добавляют 5 см³ реакционной смеси и продолжают растворение при слабом нагревании в течение 10—15 мин.

2.4.2. После растворения пробы раствор сразу же фильтруют через двойной плотный фильтр («синяя лента»), предварительно смоченный реакционной смесью.

По окончании фильтрования колбу из-под раствора пробы и фильтр с осадком промывают один раз 20—25 см³ реакционной смеси (допускается использование реакционной смеси из реактивов без специальной осушки), затем три раза смесью для промывания фильтров и затем эфиром до исчезновения бурой окраски фильтров.

В случае определения включенного оксида алюминия фильтр

дополнительно промывают пять раз раствором соляной кислоты 0,1 моль/дм³ и 4—5 раз теплой водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают в течение 40 мин при 600—700 °С.

Осадок оксида алюминия в платиновом тигле смачивают 2 каплями серной кислоты, добавляют 0,5—1,0 см³ фтористоводородной кислоты, нагревают до окончания выделения паров серной кислоты и прокаливают сухой остаток при 600—700 °С в течение 5—6 мин.

К обработанному таким образом осадку добавляют 3 капли серной кислоты, 1 г пиросернокислого калия и проводят сплавление в муфельной печи при температуре 700—800 °С в течение 2—3 мин.

Тигель с полученным плавом обмывают с внешней стороны горячей 70—80 °С водой, вытирают фильтровальной бумагой, помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 50—70 см³ кипящей воды, подкисленной серной кислотой (2,5 см³ серной кислоты на 100 см³ воды) и кипятят до полного растворения плава.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.4.3. Аликвотную часть раствора согласно табл. 1 отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до 50 см³ водой, добавляют 1—2 капли тиогликолевой кислоты, 2 капли раствора фенолфталеина перемешивают и нейтрализуют гидроксидом натрия, используя сначала раствор гидроксида натрия 1 моль/дм³, затем 0,25 моль/дм³ до появления бледно-розовой окраски, которая должна исчезнуть после добавления одной капли раствора серной кислоты 0,125 моль/дм³. После этого в колбу вносят четыре капли раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³ до pH раствора 5,6—6,0, 15 см³ раствора эриохромцианина — Р и перемешивают. Через 20 мин добавляют в колбу 20 см³ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,002 до 0,01 включ.	50
Св. 0,01 » 0,05 »	10
» 0,05 » 0,25 »	2
» 0,25 » 1,0 »	0,5

2.4.4. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 535 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит вода с добавлением всех реактивов по п. 2.4.3.

2.4.5. Растворы двух контрольных опытов готовят следующим образом: фильтрат после отделения осадка оксида алюминия из раствора исследуемой пробы тут же снова фильтруют через двойной фильтр («синяя лента»), предварительно смоченный реакционной смесью, и далее поступают по пп. 2.4.2, 2.4.3, 2.4.4.

Среднее значение оптических плотностей растворов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массовую долю алюминия рассчитывают по градуировочному графику.

2.4.6. **Построение градуировочного графика**

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 40—50 см³ воды, затем в пять колб добавляют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025 г алюминия.

К полученным растворам прибавляют все необходимые реактивы согласно п. 2.4.3 и измеряют оптическую плотность согласно п. 2.4.4.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам алюминия строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100 \cdot 1{,}89, \qquad (1)$$

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

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г;

1,89 — коэффициент пересчета на оксид алюминия.

2.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,020 »	0,004	0,005
» 0,020 » 0,050 »	0,008	0,01
» 0,05 » 0,10 »	0,02	0,03
» 0,10 » 0,25 »	0,03	0,04
» 0,25 » 0,50 »	0,04	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,06	0,08

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси растворов двухлористой меди и хлористого аммония, отделении нерастворившегося оксида алюминия, сплавлении оксида алюминия с пиросернокислым калием, растворении плава, образовании фиолетово-красного комплекса алюминия с эриохромцианином — Р и измерении оптической плотности при длине волны 535 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Медь двухлористая 2-водная по ГОСТ 4167.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор: 300 г хлористого аммония растворяют в 800 $см^3$ воды при подогревании.

Реакционная смесь: 1500 г двухлористой меди растворяют в 2200 $см^3$ воды при подогревании; 300 г хлористого аммония растворяют при подогревании в 800 $см^3$ воды; растворы сливают вместе, и, если необходимо, смесь растворов фильтруют.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 или по ГОСТ 3118, перегнанная в кварцевом аппарате, плотностью 1,19 г/$см^3$, растворы 1:1 и 0,1 моль/$дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/$см^3$, растворы 0,5 моль/$дм^3$ и 0,25 моль/$дм^3$.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота тиогликолевая.

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/$дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 1 моль/$дм^3$ и 0,25 моль/$дм^3$.

Эриохромцианин — Р по ТУ 6—09—3115, раствор 1 г/$дм^3$.

Аммоний уксуснокислый по ТУ 6—09—1312.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, плотностью 1,07 г/$см^3$.

Буферный раствор с pH 6: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$, растворяют в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя в случае необходимости раствор гидроксида натрия 1 моль/$дм^3$ или уксусную кислоту.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,001 г алюминия.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Пробу, подготовленную по п. 2.3.2, извлекают из этилового спирта, быстро подсушивают фильтровальной бумагой, взвешивают, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, в которую предварительно внесено 50—70 см³ реакционной смеси, и нагревают на плите (70- 90 °С).

В случае неполного растворения пробы добавляют дополнительно 20 см³ реакционной смеси и затем 20 см³ раствора хлористого аммония.

3.3.2. По растворении пробы раствор фильтруют через двойной плотный фильтр («синяя лента»), предварительно смоченный горячей водой и горячим раствором хлористого аммония.

Фильтр с осадком оксида алюминия промывают сначала горячим раствором хлористого аммония до исчезновения на фильтре зеленой окраски, затем 5 6 раз раствором соляной кислоты 0,1 моль/дм³ и 5—6 раз теплой водой, обращая особое внимание на края фильтра.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают при температуре 600—700 °С в течение 40 мин.

Остаток в платиновом тигле смачивают двумя каплями серной кислоты, добавляют 0,5—1 см³ фтористоводородной кислоты и нагревают до окончания выделения паров серной кислоты, после чего тигель прокаливают при 600—700 °С в течение 5— 7 мин.

К обработанному таким образом осадку добавляют три капли концентрированной серной кислоты, 1 г пиросернокислого калия и проводят сплавление в муфеле при температуре 700—800 °С в течение 2—3 мин.

Тигель с полученным плавом обмывают с внешней стороны горячей водой, вытирают фильтровальной бумагой, помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 60—70 см³ кипящей воды, подкисленной серной кислотой (2,5 см³ концентрированной серной кислоты на 100 см³ воды), и кипятят до полного растворения плава.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.3. Аликвотную часть раствора согласно табл. 1 отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и далее проводят операции по п. 2.4.3.

3.3.4. Измерение оптической плотности раствора проводят по п. 2.4.4.

3.3.5. Растворы двух контрольных опытов готовят следующим образом: горячий фильтрат после отделения осадка оксида алюминия фильтруют через двойной фильтр («синяя лента»), предварительно смоченный горячей водой и горячим раствором хлористого аммония.

Промывание фильтра, сплавление осадка и подготовку раствора проводят по п. 3.3.2.

Среднее значение оптических плотностей растворов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массовую долю алюминия рассчитывают по градуировочному графику.

3.3.6. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают 40—50 см³ воды, затем в пять колб добавляют 0,5 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора алюминия Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025 г алюминия.

К полученным растворам прибавляют все необходимые реактивы согласно п. 2.4.3 и измеряют оптическую плотность согласно п. 2.4.4.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам алюминия строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100 \cdot 1{,}89, \qquad (2)$$

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

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части, г;

1,89 — коэффициент пересчета на окись алюминия.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля оксида алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,002 до 0,005 включ.	0,002	0,003
Св. 0,005 до 0,010 »	0,003	0,004
» 0,010 » 0,020 »	0,005	0,006
» 0,020 » 0,050 »	0,006	0,008

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин,** канд. техн. наук; **Г. И. Фридман,** канд. техн. наук; **В. И. Клитина,** канд. хим. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1961

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 11739.1—78

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61 –75	2.2, 3.2	ГОСТ 10484 –78	2.2; 3.2
ГОСТ 199—78	2.2; 3.2	ГОСТ 11069 –74	2.2; 3.2
ГОСТ 3773—72	3.2	ГОСТ 14261—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4109—79	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2; 3.2
ГОСТ 4160—74	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4167—74	3.2	ТУ 6—09 –667—74	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2	ТУ 6—09—3115—73	2.2; 3.2
ГОСТ 4328– 77	2.2; 3.2	ТУ 6 –09– 3851 –75	2.2
ГОСТ 4523—77	2.2	ТУ 6—09—5077—87	2.2
ГОСТ 7172—76	2.2; 3.2	ТУ 6—09—1312—81	2.2; 3.2

gost.e-ecolog.ru