Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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 тетрабромида 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/дм^3 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/дм^3 раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 100 и 20 г/дм^3.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Буферный раствор pH6; готовят следующим образом: 40 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 $дм^3$ воды. Проверяют и устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя гидроокись натрия или уксусную кислоту.

Мочевина по ГОСТ 6691.

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

Квасцы железоаммонийные по НД, раствор 100 г/$дм^3$ готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 $см^3$ с добавлением 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты и разбавляют водой до 100 $см^3$.

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 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ 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 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ бромной смеси, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют по каплям бром. По окончании растворения приливают к раствору 20 $см^3$ 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 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Растворяют соли при нагревании в 50 $см^3$ 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 $см^3$, ополаскивая стенки стакана горячей водой, добавляют 5 $см^3$ бутилового спирта и перемешивают. Затем в колбу постепенно добавляют при хорошем перемешивании при навеске 0,25—25 $см^3$ раствора гидроокиси натрия (200 г/$дм^3$) и 20 $см^3$ 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).

Таблица 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/дм^3). Затем раствор нейтрализуют концентрированной соляной кислотой до pH 3 по универсальной индикаторной бумаге и упаривают до объема 25 см^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, ополаскивают стенки стакана водой так, чтобы объем раствора в мерной колбе не превышал 30 см^3.

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

К анализируемому раствору в мерной колбе вместимостью 100 см^3 добавляют 1 каплю раствора железоаммонийных квасцов, 10 см^3 раствора тиогликолевой кислоты и по каплям раствор аммиака до появления грязно-фиолетовой окраски тиогликолята железа. Затем по каплям прибавляют 1 моль/дм^3 раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора и сверх этого 0,5 см^3 избытка, добавляют 20 см^3 раствора эриохромцианина R, 30 см^3 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 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б алюминия, разбавляют водой до 30 см^3 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.

Таблица 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 хромазуролом S и неионногенными поверхностно-активными веществами.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

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

Хромазурол S, $5 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ водный раствор, содержащий 7,5 г/дм³ синтанола 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.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части, см³	Объем добавленного раствора меди, см³
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, pH7 по pH-метру или универсальной индикаторной бумаге, добавляют 5 см³ раствора хромазурола 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*

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 сернистокислый 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 pH6 готовят следующим образом: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 см³ воды. Устанавливают pH 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 железоаммонийных 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.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора, см³
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 сернистокислого натрия, спустя 5—10 мин, добавляют 20 см³ раствора эриохромцианина *R* и устанавливают pH6 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

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

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/дм^3 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 см^3 соляной кислоты с добавлением 2—3 см^3 перекиси водорода. Удаляют избыток перекиси водорода кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г алюминия.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и осторожно добавляют 15 см^3 смеси для растворения. После растворения осторожно выпаривают раствор досуха. Выпаривание с 15 см^3 смеси для растворения повторяют еще дважды, выпаривая в каждом случае раствор досуха. К сухому остатку добавляют 10 см^3 азотной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния. Повторяют выпаривание с 10 см^3 азотной кислоты, разбавляют водой до объема 150 см^3 и проводят электролиз по ГОСТ 1953.1.

Электролит выпаривают до объема 10 см^3, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 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 см^3 помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 и 15,0 см^3 стандартного раствора Б алюминия; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 стандартного раствора А алюминия. Во все колбы добавляют по 10 см^3 2 моль/дм^3 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 хромазуролом *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.

Хромазурол *S*, раствор 3 г/дм³: 0,3 г хромазурола 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.

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 прокопченой 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 pH = 4 на pH-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 тиоацетамида 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 pH = 4, на pH-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 зеленным 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 тиоацетамида.

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 хромазуролом 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)

gost.e-ecolog.ru