Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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 $см^3$ воды и прибавляют 20 $см^3$ 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 $см^3$ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. Титр раствора трилона Б определяют следующим образом: 1 г цинка растворяют в 50 $см^3$ соляной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г цинка.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

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 мути, 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

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

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.

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

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).

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, перегнанная, 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 ректификованный по ГОСТ 5962*.

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

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 свыше 0,009 % отбирают аликвотные 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-сиреневого цвета.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора, см³
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 аликвотные части раствора, указанные табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,003 до 0,009	25
Св. 0,009 » 0,04	10
» 0,04 » 0,20	2
» 0,20 » 0,4	1

Аликвотную часть раствора помещают в колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до 30 см³, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге «конго» до темно-сиреневого 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 аликвотные части раствора, приготовленного, как указано в п. 3.3.2. С одной аликвотной частью раствора поступают, как указано в п. 3.3.2, затем измеряют оптическую плотность. В другую аликвотную часть добавляют 5 см³ раствора трилона Б, нейтрализуют аммиаком по бумаге «конго» до темно-сиреневого цвета и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.2,

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; $2 \cdot 10^{-6}$; 3 10^{-6}; $5 \cdot 10^{-6}$; $7 \cdot 10^{-6}$ и $1 \cdot 10^{-5}$ г алюминия. Растворы кипятят, охлаждают, проводят нейтрализацию по бумаге «конго» до темно-сиреневого 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 аликвотной 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.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ 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 идентифицирования 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.

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, вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащий 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)

gost.e-ecolog.ru