МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения алюминия

ГОСТ 15027.2—77

Non-tin bronze.
Method for the determination of aluminium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает титриметрические методы определения алюминия с визуальной или амперометрической индикацией конечной точки титрования, с отделением алюминия от мешающих элементов на ртутном катоде и с отделением алюминия от меди электролизом с платиновыми электродами (при массовой доле алюминия от 3,0% до 13%), фотометрический метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,005% до 0,25%), гравиметрический метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 3% до 13%) и атомно-абсорбционный метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,01 до 0,25% и от 3% до 13%) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ВИЗУАЛЬНОЙ ИНДИКАЦИЕЙ КОНЕЧНОЙ ТОЧКИ ТИТРОВАНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплексы со всеми компонентами сплава, титровании избытка в присутствии индикатора 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола, разложении комплексоната алюминия добавлением фторида аммония или натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 200 г/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2 — водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

1-(2-Пиридилазо)-2 нафтол (ПАН), спиртовой раствор 1 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор 100 г/дм^3.

gost.e-ecolog.ru

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 100 г/дм³.

Медь по ГОСТ 859, марки М0 и М00.

Стандартный раствор меди, 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 3,177 г меди растворяют в 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения кипятят раствор до удаления окислов азота, охлаждают, нейтрализуют аммиаком до появления неисчезающего осадка, который растворяют добавлением уксусной кислоты, и разбавляют до 1 дм³.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор алюминия; готовят растворением 1 г алюминия в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и до метки доливают водой.

1 см³ раствора содержит 0,001 г алюминия.

Определение титра раствора меди

Отбирают 20 см³ стандартного раствора алюминия в коническую колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до 50—60 см³, нейтрализуют аммиаком до образования неисчезающего осадка, который растворяют добавлением соляной кислоты и сверх этого приливают еще две капли в избыток. Добавляют 20 см³ раствора трилона Б, 100—250 см³ горячей воды и нагревают до кипения. В горячий раствор приливают 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, 0,5 см³ раствора ПАН и титруют горячий раствор стандартным раствором меди до перехода зеленой окраски раствора в синюю, затем добавляют 1 г фторида натрия (или аммония), кипятят 5 мин и снова титруют раствором меди до перехода зеленой окраски раствора в синюю.

Титр раствора (T), выраженный в граммах алюминия на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса алюминия, соответствующая аликвотной части, отобранной для титрования, г;

V — объем раствора меди, израсходованный на второе титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,5 г (при массовой доле алюминия до 5%) и 0,25 г (при массовой доле алюминия свыше 5%) растворяют при нагревании в конической колбе вместимостью 500 см³ в 20 см³ азотной кислоты, добавляют 50—60 см³ воды и кипятят для удаления окислов азота, затем охлаждают, добавляют 10 см³ раствора мочевины и нейтрализуют раствор аммиаком до образования неисчезающего осадка, который затем растворяют добавлением соляной кислоты, и сверх этого приливают две капли соляной кислоты в избыток и далее анализ ведут, как указано в п. 2.2 при определении титра раствора меди.

2.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора меди, израсходованный на второе титрование, см³;

T — титр раствора меди, выраженный в граммах алюминия на 1 см³ раствора;

m — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1*

Массовая доля алюминия, %	d, %	D, %	Массовая доля алюминия, %	d, %	D, %
От 0,005 до 0,01	0,002	0,005	От 3,0 до 5,0	0,07	0,2
Св. 0,01 » 0,03	0,003	0,007	Св. 5,0 » 7,0	0,10	0,2
» 0,03 » 0,05	0,005	0,012	» 7,0 » 9,0	0,12	0,3
» 0,05 » 0,10	0,008	0,02	» 9,0 »11,0	0,15	0,4
» 0,10 » 0,15	0,010	0,02	» 11,0 »13,0	0,20	0,5
» 0,15 » 0,25	0,015	0,04			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

* Табл. 2. **(Исключена, Изм. № 1).**

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

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных титриметрическим и гравиметрическим или атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086.

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

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЙ ИНДИКАЦИЕЙ КОНЕЧНОЙ ТОЧКИ ТИТРОВАНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплекс со всеми компонентами сплава, титровании избытка раствором азотнокислой меди, разложении комплексоната алюминия добавлением фторида аммония или натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр со всеми принадлежностями типа ЛПУ-01 или pH-340.

Потенциометр типа ЛПМ-60 с ценой деления шкалы 5 мВ.

Микроамперметр типа М-95 (шкала на 25 мкА).

Аккумулятор напряжением 2 В или сухая батарея того же напряжения.

Переменное сопротивление мощностью 1 мОм.

Два платиновых электрода, изготовленных из проволоки диаметром 0,8—1 мм, впаянной в стеклянную трубку. Длина рабочей части электрода 30—35 мм.

Магнитная мешалка.

Бюретка вместимостью 25 см³ с тонкооттянутым носиком.

Микробюретка вместимостью 1 см³ с оттянутым носиком.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:5.

Смесь для растворения; готовят смешиванием трех объемов концентрированной соляной кислоты с одним объемом концентрированной азотной кислоты.

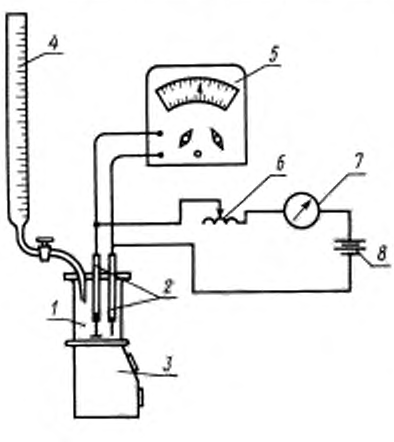
Кислота соляная по ГОСТ 4204.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,2 моль/дм³ готовят следующим образом: 74,4 трилона Б растворяют в 1 дм³ воды.

Уротропин (гексаметилентетрамин).

Медь марки М0 по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди; готовят растворением 3,177 г меди в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и разбавлением полученного раствора до 1 дм³ водой в мерной колбе.



Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор 25 г/дм³.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Смесь для обновления поверхности электрода; готовят добавлением в соляную кислоту, разбавленную 1:5, несколько капель перекиси водорода.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор алюминия; готовят растворением 1 г алюминия в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 1 мг алюминия.

Марганец сернокислый (II) по ГОСТ 435, содержащий 1 мг/см³ марганца; готовят следующим образом: 2,75 г соли растворяют в 1 дм³ воды.

Установка для титриметрического определения алюминия с амперометрической индикацией конца титрования (см. чертеж).

Установка состоит из следующих элементов: стакан *1* вместимостью 250—300 см³ для анализируемого раствора; двух платиновых индикаторных электродов *2* длиной 17—20 мм; магнитной мешалки *3* для перемешивания раствора в процессе титрования; источника заданного тока аккумулятора или сухой батареи *8*; переменного сопротивления *6* мощностью 1 мОм для установления поляризующего тока 2—10 мкА; микроамперметра *7*, последовательно включенного в цепь; потенциометра *5*, включенного параллельно в цепь, для измерения напряжения на электродах; бюретки *4*.

Цена деления шкалы потенциометра должна быть не менее 5 мВ, что при скачке потенциала в точке эквивалентности обеспечивает отклонение стрелки по шкале прибора не менее чем на 20—25 делений.

Такой скачок фиксируется с высокой точностью. Титрант (раствор азотнокислой меди) поступает в стакан из бюретки вместимостью 25 см³, а в непосредственной близости к точке эквивалентности титрант подают по каплям из микробюретки.

Значение pH титруемого раствора устанавливают по pH-метру. Установление pH по кислотно-основному индикатору или индикаторной бумаге не обеспечивает необходимой точности титрования, особенно в случае титрования окрашенных растворов.

Для титриметрического определения алюминия можно пользоваться установкой ПАТ.

Установка титра стандартного раствора меди

Навеску меди массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ стандартного раствора алюминия и растворяют медь в 3 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения навески раствор выпаривают до объема около 1 см³, добавляют 40 см³ воды, 1 см³ раствора соли марганца и 20 см³ раствора трилона Б.

Устанавливают pH раствора 6,0—6,2 (по хлор-серебряному электроду на pH-метре), добавляя уротропин небольшими порциями. Раствор кипятят 5 мин, охлаждают, устанавливают стакан на магнитную мешалку, погружают в раствор платиновые электроды, с помощью переменного сопротивления устанавливают в цепи ток 2—10 мкА, включают потенциометр и устанавливают стрелку на шкале потенциометра таким образом, чтобы она находилась посередине шкалы. Оттитровывают избыток трилона Б стандартным раствором меди в непрерывно перемешиваемом растворе. Титрант поступает в стакан приблизительно со скоростью 1 см³/мин. К концу титрования стандартный раствор меди добавляют по каплям. Титрование считают законченным, когда от добавления одной капли титранта (раствора меди) стрелка потенциометра отклонится влево не менее чем на 20 делений шкалы (100 мВ).

После первого титрования в раствор добавляют 20 см³ раствора фторида натрия, устанавливают pH 6,0—6,2 добавлением нескольких капель азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, или уротропина и кипятят раствор 2 мин. После охлаждения раствор титруют стандартным раствором меди так же, как в случае связывания избытка трилона Б. Последние порции титранта в пределах 1 см³ добавляют из микробюретки и определяют конечную точку титрования амперометрически, как описано выше.

Для установления титра стандартного раствора меди описанное выше определение повторяют не менее пяти раз.

Титр стандартного раствора меди (T_1), выраженный в граммах алюминия на миллиметр, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{0{,}01}{V},$$

где V — объем стандартного раствора меди, израсходованный на второе титрование, см³.

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,2 г растворяют в 3 см³ смеси кислот для растворения. После растворения добавляют 1,5 см³ серной кислоты и выпаривают раствор до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Объем раствора после выпаривания должен составлять не более 1 см³. Стакан охлаждают, добавляют 40 см³ воды, 20 см³ раствора трилона Б и далее анализ ведут, как указано в п. 3.2.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр стандартного раствора меди, выраженный в г/см^3 алюминия;

V — объем стандартного раствора меди, израсходованный на второе титрование, см^3;

m — масса навески сплава, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2а. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

3.4.2б. Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

3.4.2а, 3.4.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз применяют данный метод.

3а. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ОТДЕЛЕНИЕМ АЛЮМИНИЯ ОТ МЕШАЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА РТУТНОМ КАТОДЕ

3а.1. Сущность метода

Метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплекс с алюминием, титровании избытка раствором хлористого цинка в присутствии ксиленолового оранжевого, разложении комплексоната алюминия, добавлением фторида натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия. Алюминий предварительно отделяют от основных компонентов сплава на ртутном катоде.

3а.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза с ртутным катодом.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: три объема соляной кислоты смешивают с одним объемом азотной кислоты.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Натрий фтористый по ГОСТ 4518, насыщенный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Ксиленоловый оранжевый.

Смесь ксиленолового оранжевого с хлористым натрием в соотношении 1:100.

Буферный раствор pH 5,5—6; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония и 20 см^3 уксусной кислоты растворяют в воде и доливают водой до объема 1000 см^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,1 моль/дм^3; готовят следующим образом: 37,21 г трилона Б растворяют в воде при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

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

Стандартный раствор алюминия; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют в 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

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

Цинк хлористый по ГОСТ 4529, раствор 0,1 моль/дм^3 готовят следующим образом: 13,63 г хлористого цинка растворяют в 100 см^3 воды, подкисленной 5 см^3 соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

Определение титра раствора хлористого цинка.

Отбирают 20 см^3 стандартного раствора алюминия в коническую колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до объема 100 см^3, доливают 20 см^3 раствора трилона Б, кипятят 2—3 мин и добавляют по каплям аммиак до получения pH 5,5—6 по универсальной индикаторной бумаге.

Раствор охлаждают, добавляют 10 см³ буферного раствора, около 0,1 г смеси ксиленолового оранжевого с хлористым натрием и оттитровывают избыток трилона Б раствором хлористого цинка до розово-фиолетовой окраски. Затем добавляют 20 см³ раствора фтористого натрия, кипятят, охлаждают и вновь титруют раствором хлористого цинка до получения розово-фиолетовой окраски.

Титр раствора хлористого цинка (T), выраженный в граммах алюминия на 1 см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса алюминия, соответствующая аликвотной части раствора, отобранной для титрования, г;

V — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на второе титрование, см³.

3а.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г (при массовой доле алюминия до 6%) и 0,5 г (при массовой доле алюминия свыше 6%) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 15 см³ смеси кислот для растворения при нагревании.

После растворения ополаскивают стенки стакана водой, добавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1 и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 50 см³ воды и кипятят до растворения солей. Раствор охлаждают и, если образовался осадок, то его отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают горячей водой, подкисленной несколькими каплями серной кислоты. Фильтрат разбавляют водой до объема 100 см³, переносят в сосуд установки для электролиза с ртутным катодом и ведут электролиз при плотности тока 1,5—2 А/дм² и напряжении 5—6 В при одновременном перемешивании раствора. Электролиз ведут до исчезновения реакции на ион меди. После окончания электролиза раствор переносят в стакан и ополаскивают стенки сосуда несколько раз водой. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в коническую колбу вместимостью 500 см³, промывая фильтр с осадком несколько раз водой. К фильтрату добавляют в избытке раствор трилона Б (приблизительно 40 см³), кипятят и добавляют по каплям раствор аммиака до получения pH 5,5—6 по индикаторной бумаге, далее анализ проводят, как указано в п. 3а.2 при определении титра раствора хлористого цинка.

3а.4. Обработка результатов

3а.4.1. Массовую долю алюминия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на второе титрование, см³;

T — титр раствора хлористого цинка по алюминию, г/см³;

m — масса навески сплава, г.

3а.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3а.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

3а.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

3а.4.3, 3а.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3б. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ОТДЕЛЕНИЕМ АЛЮМИНИЯ ОТ МЕДИ ЭЛЕКТРОЛИЗОМ С ПЛАТИНОВЫМИ ЭЛЕКТРОДАМИ

3б.1. Сущность метода

Метод основан на введении в раствор пробы избытка раствора трилона Б, образующего комплекс с алюминием и другими элементами, титровании избытка раствором азотнокислой меди в присутствии 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола (ПАН), разложении комплексоната алюминия добавлением фторида натрия и титровании трилона Б, выделившегося в количестве, эквивалентном содержанию алюминия.

Алюминий предварительно отделяют от меди электролизом с платиновыми электродами.

3б.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Медь по ГОСТ 859, марок М0 и М00.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: три объема соляной кислоты смешивают с одним объемом азотной кислоты.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:99.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Стандартный раствор меди: 0,1 моль/дм³ раствор; готовят следующим образом: 6,3540 г меди растворяют в 60 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения раствор кипятят до удаления окислов азота и осторожно выпаривают раствор до объема около 10 см³. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют водой до метки и перемешивают.

Натрий фтористый по ГОСТ 4518, насыщенный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, 500 г/дм³.

1-(2-Пиридилазо-2-нафтал (ПАН), спиртовой раствор 1 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,25 моль/дм³, раствор; готовят следующим образом: 93,002 г трилона Б растворяют в 500 см³ воды при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3б.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 15 см³ смеси кислот для растворения при нагревании.

После растворения ополаскивают стенки стакана водой, добавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 50 см³ воды и растворяют соли при нагревании, если образовался осадок, то его отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают горячей водой, подкисленной несколькими каплями серной кислоты.

Раствор разбавляют до объема 150 см³, добавляют 3 см³ прокипяченной азотной кислоты и раствор подвергают электролизу при плотности тока 1,0—1,5 А/дм² и напряжении 2—2,5 В при перемешивании раствора.

После обесцвечивания раствора отставляют стакан с электролитом без выключения тока и ополаскивают электроды водой в стакан, в котором проведен электролиз. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. В случае выделения осадка раствор фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см³, промывая осадок 7—8 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1:99, раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора — 200 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 25 см³ раствора уксуснокислого натрия, раствор нагревают почти до кипения, добавляют 5—10 капель раствора ПАН, раствор трилона Б до изменения розово-фиолетовой окраски в желтую и избыток 3—5 см³.

Раствор кипятят и в случае изменения окраски добавляют раствор трилона Б до появления желтой окраски. Затем избыток трилона Б оттитровывают раствором азотнокислой меди до изменения желтой окраски через зеленую в синюю. Добавляют 20 см³ раствора фтористого натрия и вновь кипятят 2 мин. Раствор принимает желто-зеленую окраску. Раствор охлаждают до температуры 50—60 °С и титруют раствором азотнокислой меди до изменения окраски из желто-зеленой в синюю.

3б.4. Обработка результатов

3б.4.1. Массовую долю алюминия (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0{,}002698 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотнокисой меди, израсходованный на второе титрование, см³;

0,002698 — титр раствора азотнокислой меди по алюминию, г/см³;

m — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3б.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3б.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

3б.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

3б.4.3, 3б.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения с эриохромцианином R или хромазуролом S после отделения меди электролизом на платиновом катоде.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза с платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

pH-метр.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Бром по ГОСТ 4109.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

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

Кислота тиогликолевая, 0,8% раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, и 1 н. раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 10 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

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

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359, 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, раствор разбавляют до 100 см³ водой.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 1 моль/дм³.

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

Натрий серноватистокислый по ТУ 6—09—5413, раствор 50 г/дм³.

Аммоний бензойнокислый, раствор 50 г/дм³.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: 5 см³ раствора бензойнокислого аммония и 1 см³ уксусной кислоты растворяют в 100 см³ воды.

Буферный раствор с pH 6; готовят следующим образом: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм³ воды. Устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя раствор гидроокиси 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 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 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Хранят в темной склянке.

Хромазурол S, водный раствор 2 г/дм³.

Алюминий первичный марки А999 по ГОСТ 11069.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переводят 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для бронзы марки Бр КН1—3*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку и приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до получения влажных солей. Затем приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают раствор до выделения белого дыма серной кислоты.

Чашку охлаждают, растворяют соли в 30—40 см³ горячей воды, переносят раствор в стакан вместимостью 300 см³, доливают водой до 100—150 см³, приливают 8 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1. В электролит добавляют 2 г хлористого аммония, 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов, нагревают до 50—60 °С и приливают раствор аммиака, разбавленный 1:1, до выпадения осадка гидроокиси.

Выпавшему осадку дают отстояться в течение 10—15 мин в теплом месте и затем отфильтровывают на неплотный фильтр. Осадок на фильтре 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. Фильтрат собирают в стакан с осадком и нагревают до полного растворения осадка. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от содержания алюминия в стакан вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора (табл. 3).

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Аликвотная часть раствора, см³	Масса навески, соответствующая аликвотной части, г
От 0,005 до 0,01	20	0,2
Св. 0,01 » 0,025	10	0,1
» 0,025 » 0,05	5	0,05

4.3.1.1. *Фотометрирование с применением эриохромцианина R*

К аликвотной части раствора (см. табл. 3) добавляют воду до 20 см³, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора серноватистокислого натрия, 20 см³ раствора эриохромцианина R и устанавливают аммиаком pH 6 на pH-метре. Приливают 30 см³ буферного раствора, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до метки. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете длиной 2 см³ или спектрофотометре при λ = 535 нм в кювете длиной 1 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Содержание алюминия находят по градуировочному графику.

При визуальном установлении pH раствора к аливотной части раствора, помещенной в мерную колбу вместимостью 100 см³ (см. табл. 3), добавляют воды до 25 см³, 1 каплю раствора железоаммонийных квасцов, 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты и по каплям раствор гидроокиси натрия до появления фиолетовой окраски. Затем добавляют по каплям 1 моль/дм³ раствор соляной кислоты до исчезновения окраски и избыток 2 см³, 20 см³ раствора эриохромцианина, через 5 мин 30 см³ буферного раствора, доливают до метки водой и далее поступают, как указано выше.

4.3.1.2. *Фотометрирование с применением хромазурола* S

Аликвотную часть раствора (см. табл. 3) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора серноватистокислого натрия и

через 20 мин нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до pH 5—6 по универсальной индикаторной бумаге. Приливают 5 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты, воду до 50 см³, 2 см³ раствора хромазурола S, 5 см³ раствора уксуснокислого натрия и доливают водой до метки. Через 10 мин измеряют оптическую плотность в кювете длиной 1 см на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром или на спектрофотометре при $\lambda = 545$ нм, используя раствор контрольного опыта в качестве раствора сравнения.

Содержание алюминия находят по градуировочному графику.

4.3.2. *Для бериллиевых бронз*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании.

После растворения навески и удаления окислов азота кипячением обмывают стенки стакана водой, разбавляют раствор водой до 100—150 см³, приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1.

После отделения меди в электролит прибавляют 5 г хлористого аммония, 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и нагревают до 50—60 °С. Нагревание прекращают, доливают аммиак, разбавленный 1:1, до начала выпаривания гидроокисей железа и алюминия, которые растворяют, приливают 1—2 см³ уксусной кислоты. В раствор по каплям при интенсивном перемешивании добавляют 20 см³ бензойнокислого аммония и кипятят 1—2 мин. Теплый раствор со скоагулированным осадком отфильтровывают на два фильтра средней плотности. Стакан и фильтр промывают пять раз небольшими порциями промывной жидкости.

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 водой, собирая фильтрат в стакан с осадком. После растворения осадка раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от содержания алюминия отбирают аликвотную часть (см. табл. 4) и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.1 или п. 4.3.1.2 соответственно.

Таблица 4

Массовая доля алюминия, %	Аликвотная часть раствора, см³	Масса навески, соответствующая аликвотной части, г
От 0,01 до 0,025	20	0,1
Св. 0,025 » 0,05	10	0,05
» 0,05 » 0,1	5	0,025
» 0,1 » 0,25	2	0,01

4.3.2а. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %*

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 дважды добавление по 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 дважды. К влажному охлажденному остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, воды до объема 150 см³ и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1. Далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В стаканы или мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают соответственно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, разбавляют водой до 20 см³, добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее анализ ведут, как указано в пп. 4.3.1.1 и 4.3.1.2 соответственно.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю алюминия (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

4.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов анализа, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

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

5. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении алюминия 8-оксихинолином и взвешивании высушенного осадка оксихинолята алюминия после предварительного отделения мешающих компонентов.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка электролизная с сетчатыми платиновыми катодами по ГОСТ 6563.

Установка электролизная с ртутным катодом.

Тигли фильтрующие по ГОСТ 23932 типа ТФ-3—20, ТФ-3—32.

Ртуть марки Р1 по ГОСТ 4658.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:4, 1:200 и 1:50.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор 2 моль/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 20 г/дм^3.

Метиловый красный, спиртовой раствор 2 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, свежеприготовленный раствор 20 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

8-оксихинолин, раствор 30 г/дм^3 готовят следующим образом: 30 г реактива растирают в ступке с небольшим количеством 2 моль/дм^3 раствора уксусной кислоты, а затем растворяют в 1 дм^3 2 моль/дм^3 раствора уксусной кислоты, фильтруют и переносят в колбу вместимостью 1 дм^3.

5.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании в 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1.

После растворения пробы ополаскивают стенки стакана небольшим количеством воды, кипятят до удаления окислов азота, разбавляют раствор до 100—150 см^3, приливают 7 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1.

После отделения меди в электролит прибавляют 3 г хлористого аммония, 3—5 капель раствора метилового красного, нагревают до кипения и осторожно, по каплям, прибавляют аммиак до тех пор, пока окраска раствора над осадком не станет желтой. После этого приливают еще 10 капель аммиака и кипятят 1—2 мин. Осадок отфильтровывают и промывают на фильтре горячим раствором хлористого аммония.

Промытый осадок растворяют на фильтре в 20 см^3 горячей серной кислоты, разбавленной 1:4, которую приливают частями. Раствор собирают в стакан, в котором проводилось осаждение гидратов, нейтрализуют раствором аммиака по метиловому красному и приливают 1 см^3 концентрированной серной кислоты.

Раствор, объем которого не должен превышать 50 см³, переливают в сосуд с ртутным катодом, используя в качестве анода платиновую спираль, и подвергают электролизу при силе тока 4 А и напряжении 5—6 В. Электролиз продолжают до тех пор, пока из раствора не будет полностью удалено железо (капельная реакция с железосинеродистым калием на фарфоровой пластинке или фильтре).

Не прерывая тока, раствор сливают в стакан, фильтруя через воронку с фильтром. Ртутный катод промывают 2—3 раза по 10 см³ серной кислотой, разбавленной 1 : 200, и затем три раза водой порциями по 10 см³. Промывные воды присоединяют к основной части раствора. Промывая, во всех случаях над ртутью оставляют слой жидкости в 2—3 мм для обеспечения контакта с анодом. Последнюю промывную воду удаляют полностью.

Раствор нейтрализуют аммиаком по индикатору метиловому красному, приливают 0,5—1,2 см³ концентрированной серной кислоты, прибавляют 2—3 г надсернокислого аммония и нагревают до 70—80 °С. Осадок двуокиси марганца отфильтровывают и промывают 3—5 раз серной кислотой, разбавленной 1:50. К раствору прибавляют 5—10 г уксуснокислого натрия или аммония и осаждают алюминий раствором оксихинолина, приливая последний в количестве 0,5—0,7 см³ на каждый миллиграмм алюминия. Раствор нагревают до 60—70 °С и отстаивают при данной температуре в течение 3—4 ч.

Осадок оксихинолята алюминия отфильтровывают на взвешенный фильтрующий тигель при отсасывании, промывают горячей водой до полного обесцвечивания промывных вод. Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при 130—140 °С до постоянной массы и взвешивают.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю алюминия (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m \cdot 0.0587 \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса осадка оксихинолята алюминия, г;

0,0587 — коэффициент пересчета оксихинолята алюминия на алюминий;

m_1 — масса навески сплава, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

5.4.4.1. Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

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

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ АЛЮМИНИЯ от 0,01 % до 0,25 %

6.1. Сущность метода

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

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для алюминия.

Установка для электролиза с двумя платиновыми электродами.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

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

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

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

Калий хлористый по ТУ 6—09—5077 или натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 10 г/дм³.

Водорода перекись 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.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. *Для бронз с массовой долей олова до 0,05 %*

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением, раствор охлаждают, разбавляют водой до объема 150 см³ и проводят электролиз для выделения меди по ГОСТ 15027.1. Электролит выпаривают до объема 10 см³, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора хлористого калия или натрия и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию алюминия в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 309,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

6.3.2. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %*

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 дважды, выпаривая в каждом случае досуха.

К сухому остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния. Повторяют выпаривания с 10 см³ азотной кислоты, разбавляют водой до объема 150 см³ и проводят электролиз по ГОСТ 15027.1. Электролит выпаривают до объема 10 см³, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора хлористого калия или натрия и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию алюминия, как указано в п. 6.3.1.

6.3.3. *Построение градуировочного графика*

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 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 раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты, 10 см³ раствора хлористого калия или натрия, доливают водой до метки и измеряют атомную абсорбцию алюминия, как указано в п. 6.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю алюминия (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

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

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

6.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных атомно-абсорбционным, фотометрическим или гравиметрическим методом анализа в соответствии с ГОСТ 25086.

6.4.3, 6.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

7. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ АЛЮМИНИЯ от 3 % до 13 %

7.1. Сущность метода

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

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для алюминия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 2 моль/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Калий хлористый по ТУ 6—09—5077 или натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 10 г/дм^3.

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

Стандартный раствор алюминия; готовят следующим образом: 0,5 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см^3 соляной кислоты с добавлением 2—3 см^3 раствора 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 содержит 0,001 г алюминия.

7.3. Проведение анализа

7.3.1. Навеску сплава массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 150 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты с добавлением нескольких капель соляной кислоты.

Окислы азота удаляют кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 25 см^3 раствора хлористого калия или натрия и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию алюминия в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 309,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

7.3.2. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см^3 стандартного раствора алюминия.

Во все колбы добавляют по 10 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты, 10 см^3 раствора хлористого калия или натрия, доливают водой до метки и измеряют атомную абсорбцию алюминия, как указано в п. 7.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

7.4. Обработка результатов

Обработку результатов проводят, как указано в п. 6.4.

Разд. 6, 7. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

7.5. Метод применяют при разногласиях в оценке качества безоловянных бронз.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.2—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1532—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	2.2, 3.2, 3а.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 4518—75	2.2, 3.2, 3а.2, 3б.2
ГОСТ 199—78	3.2, 3б.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 4529—78	3а.2
ГОСТ 435—77	2.2	ГОСТ 4658—73	5.2
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 6563—75	3б.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 6691—77	2.2, 4.2
ГОСТ 859—2001	2.2, 3.2, 3б.2	ГОСТ 10484—78	4.2
ГОСТ 2062—77	4.2, 5.2	ГОСТ 10652—73	2.2, 3.2, 3а.2, 3б.2
ГОСТ 3117—78	2.2, 3.2, 3а.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 10929—76	3.2, 6.2, 7.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 3а.2, 3б.2, 4.2, 6.2, 7,2	ГОСТ 11069—74	2.2, 3.2, 3а.2, 4.2, 6.2, 7.2
		ГОСТ 15027.1—77	4.3.1, 4.3.2, 5.3, 6.3.1, 6.3.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3а.2, 4.2, 5.2		
ГОСТ 3773—72	4.2, 5.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 4109—79	4.2, 6.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2, 3б.2, 5.2
ГОСТ 4204—77	3.2, 3а.2, 3б.2, 4.2, 5.2	ГОСТ 20478—75	5.2
ГОСТ 4206—75	5.2	ГОСТ 23932—90	5.2
ГОСТ 4233—77	3.2, 3а.2, 6.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 4.4.4, 6.4.4.
ГОСТ 4328—77	4.2	ТУ 6—09—5077—87	6.2, 7.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 3а.2, 3б.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2	ТУ 6—09—53—59—87	4.2
		ТУ 6—09—5413—88	4.2
ГОСТ 4463—76	2.2, 3.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)

gost.e-ecolog.ru