ГОСТ 25284.1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); Межгосударственным техническим комитетом МТК 107

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 МГС от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1997 г. № 204 межгосударственный стандарт ГОСТ 25284.1—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.1—82

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения алюминия

Zinc alloys.
Methods for determination of aluminium

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает комплексонометрический, атомно-абсорбционный (при массовой доле алюминия от 3 до 13 %) и фотометрический (при массовой доле алюминия от 3 до 12,5 %) методы определения алюминия в пробах этих сплавов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 859—78 Медь. Марки

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0.

4 КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

Метод основан на прибавлении избытка динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилона Б) к солянокислому раствору пробы цинкового сплава при pH 5—5,5, связывании в комплекс избытка трилона Б стандартным раствором цинка, разрушении комплекса алюминий—трилон Б фторидом натрия и титровании освобожденного трилона Б стандартным раствором цинка.

4.2 Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 200 г/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор: 65 г трилона Б растворяют в 750 см^3 воды при нагревании, охлаждают и доводят до объема 1 дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрия фторид по ГОСТ 4463, насыщенный раствор: 60 г фторида натрия растворяют в 1 дм^3 горячей воды и после охлаждения фильтруют.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрия ацетат по ГОСТ 199.

Буферный раствор, pH 5—5,5: 135 г ацетата натрия растворяют в 300 см^3 воды, добавляют 15 см^3 уксусной кислоты и разбавляют полученный раствор водой до 500 см^3. Контроль pH проводят с помощью универсальной индикаторной бумаги или pH-метра.

Метиловый красный по нормативной документации, спиртовый раствор: 0,02 г метилового красного растворяют в 100 см³ этанола.

Этанол ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Стандартный раствор цинка

3,269 г цинка растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты в стакане вместимостью 250 см³, накрыв стакан часовым стеклом. Стенки стакана и часовое стекло ополаскивают водой, раствор разбавляют водой до 100 см³. Добавляют две капли раствора метилового красного, нейтрализуют аммиаком до перехода окраски в желтую, затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты до перехода окраски в красную. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного раствора содержит 0,001349 г алюминия.

Ксиленоловый оранжевый по нормативной документации, раствор 10 г/дм³: 1 г индикатора растворяют в 100 см³ воды.

4.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, осторожно приливают 10 см³ раствора соляной кислоты. После прекращения реакции добавляют несколько капель пероксида водорода до полного растворения пробы. Для удаления избытка пероксида водорода добавляют 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1 помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³.

Таблица 1

Массовая доля алюминия,%	Объем аликвотной части раствора,см³
От 3 до 6 включ.	25
Св. 6 » 8 »	20
» 8 » 13 »	10

К раствору прибавляют 100 см³ воды, 50 см³ раствора трилона Б, 5 капель раствора метилового красного и нейтрализуют аммиаком до перехода окраски в желтую. Затем добавляют 25 см³ буферного раствора, кипятят 2—3 мин, охлаждают, добавляют 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и оттитровывают избыток раствора трилона Б стандартным раствором цинка до перехода окраски в красную. Добавляют 25 см³ раствора фторида натрия, кипятят 2—3 мин, охлаж-

дают и титруют освобожденный трилон Б стандартным раствором цинка до перехода окраски в красную.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_2 \cdot 0{,}001349 \cdot 50}{V_1 \cdot m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см^3;

V_2 — объем стандартного раствора цинка, израсходованного на титрование освобожденного трилона Б, см^3;

m — масса навески пробы, г;

0,001349 — массовая концентрация раствора цинка, выраженная в граммах алюминия на 1 см^3 раствора, г/см^3.

4.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Впроцентах

Массовая доля алюминия	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений алюминия	результатов анализа алюминия
От 3 до 5 включ.	0,13	0,26
Св. 5 » 7 »	0,17	0,3
» 7 » 9 »	0,21	0,4
» 9 » 11 »	0,3	0,6
» 11 » 13 »	0,4	0,7

5 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции алюминия в пламени ацетилен-диоксид азота при длине волны 309,3 нм.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Диоксид азота медицинский.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 2 моль/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Калия хлорид по ГОСТ 4234 или натрия хлорид по ГОСТ 4233, раствор 10 г/дм³.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор алюминия

0,5 г алюминия растворяют в 20 см³ соляной кислоты с добавлением 2—3 см³ раствора пероксида водорода, затем раствор кипятят 5 мин для разрушения избытка пероксида водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г алюминия.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1).

Для полного растворения пробы добавляют 1 см³ раствора пероксида водорода, кипятят 5 мин, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 250 см³ помещают 25 см³ раствора пробы, добавляют 25 см³ раствора хлорида калия или натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.2 Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ каждая вводят 2,0; 5,0; 8,0; 11,0 и 14,0 см³ стандартного раствора алюминия. В каждую колбу добавляют по 10 см³ раствора соляной кислоты (2 моль/дм³), 1 см³ раствора хлорида калия или натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор без алюминия служит раствором контрольного опыта.

5.3.3 Растворы пробы и контрольного опыта, а также растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-диоксид азота и измеряют атомную абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им значениям содержания алюминия строят градуировочный график в координатах: значение атомной абсорбции — массовая концентрация алюминия, г/см³.

Массовую концентрацию алюминия в растворах пробы и контрольного опыта находят по градуировочному графику.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100 , \qquad (2)$$

где c_1 — массовая концентрация алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — массовая концентрация алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

$V = 250$ — объем раствора пробы, подготовленной для измерения атомной абсорбции, см³;

m — масса навески в аликвотной части раствора пробы, г.

5.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

6 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

6.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения алюминия с алюминоном в ацетатном буферном растворе.

Влияние железа устраняют аскорбиновой кислотой, меди — тиосульфатом натрия.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота аскорбиновая медицинская, раствор 10 г/дм³.

Натрия тиосульфат 5-водный по ГОСТ 27068, раствор 100 г/дм³.

Натрия ацетат 3-водный по ГОСТ 199.

Алюминон по нормативной документации.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Ацетатный раствор алюминона: 15 г ацетата натрия и 0,1 г алюминона растворяют в воде, добавляют 3 см³ уксусной кислоты, доводят водой до 1 дм³ и выдерживают 24 ч.

Алюминий по ГОСТ 11069.

Стандартные растворы алюминия

Раствор А: 0,1 г алюминия растворяют в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0002 г алюминия.

Раствор Б: 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г алюминия.

Медь металлическая по ГОСТ 859.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 0,5 г металлической меди растворяют в 10 см³ азотной

кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г меди.

Раствор Б: 0,1 г металлической меди растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

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

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Навеску сплава массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100—150 см^3 и растворяют в 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, сначала на холоде, затем при нагревании. После растворения пробы удаляют оксиды азоты при нагревании, не давая раствору упариваться. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

2 см^3 раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают 3 см^3 воды, 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 0,3 см^3 раствора тиосульфата натрия, тщательно перемешивая раствор после добавления каждого реактива, доводят до метки ацетатным раствором алюминона и перемешивают.

6.3.2 Для приготовления раствора сравнения в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 0,3 см^3 раствора тиосульфата натрия, перемешивают, доводят до метки ацетатным раствором алюминона и перемешивают.

6.3.3 Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора алюминия (раствор Б), добавляют воды до 5 см^3, по 1 капле азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 0,1 см^3 раствора меди (для сплавов с массовой долей меди не более 2 % добавляют раствор Б, для сплавов с массовой долей меди более 2 % — раствор А). Добавляют по 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и далее ведут анализ в соответствии с 6.3.1. Раствор без алюминия служит раствором контрольного опыта.

6.3.4 Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора пробы и растворов для построения градуировочного графика при длине волны 540 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 3 см.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам алюминия строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса алюминия, г.

Содержание алюминия в пробе находят по градуировочному графику.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю алюминия X, %, находят по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100 , \qquad (3)$$

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

m — масса навески в аликвотной части раствора, г.

6.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

УДК 669.55:543.06:006.354 МКС 71.040.40 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинковые сплавы, алюминий, комплексонометрический метод, трилон Б, атомно-абсорбционный метод, длина волны, фотометрический метод, алюминон

Редактор *Л И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *А.С. Юфина*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95 Сдано в набор 15.09.97. Подписано в печать 12.11.97. Усл.печ.л 0,70. Уч -изд.л. 0,57. Тираж 319 экз. С 999. Зак 728.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru