УДК 669.55 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения алюминия

Zinc alloys. Methods for the determination of aluminium

ГОСТ 25284.1—82

(СТ СЭВ 2929—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.

до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения алюминия при массовой доле его от 3 до 13% в цинковых сплавах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2929—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0—82.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода, образовании комплексных соединений металлов с ди-Na-ЭДТА при pH 5—5,5, разложении комплекса алюминия хлористым натрием и титровании освобожденного ЭДТА раствором солянокислого цинка.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1 : 1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 20%-ный раствор.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, насыщенный раствор: 60 г фтористого натрия растворяют в 1000 см³ горячей воды и после охлаждения фильтруют.

Натрий уксуснокислый ($CH_3CCONa \cdot 3H_2O$) по ГОСТ 199—78.

Буферный раствор с pH 5—5,5: 135 г уксуснокислого натрия растворяют в 300 см³ воды, добавляют 15 см³ уксусной кислоты и доливают водой до объема 500 см³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73 раствор: 65 г ди-Na-ЭДТА растворяют в 750 см³ горячей воды, охлаждают и доливают до объема 1000 см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51 раствор: 0,02 г метилового красного растворяют в 100 см³ этилового спирта.

Ксиленоловый оранжевый, 1%-ный раствор.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Цинк солянокислый, раствор 0,05 М: 3,269 г цинка растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты в стакане вместимостью 250 см³, накрывают часовым стеклом. Раствор разбавляют водой до объема 100 см³, добавляют две капли раствора метилового красного, нейтрализуют аммиаком, затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты до перехода окраски в красную, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ этого раствора соответствует 1,349 мг алюминия.

2.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты. Добавляют несколько капель раствора перекиси водорода до полного растворения пробы, а затем 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина для разрушения избытка окисления. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. В зависимости от содержания алюминия отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1 в коническую колбу вместимостью 500 см³.

Таблица 1

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

К раствору добавляют 100 см³ воды, 50 см³ раствора ди-Na-ЭДТА, 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 раствором солянокислого цинка до перехода окраски в красную. Добавляют 25 см³ раствора фтористого натрия, кипятят 2—3 мин, охлаждают и титруют освобожденный трилон раствором солянокислого цинка до перехода окраски в красную.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}001349 \cdot 100}{m},$$

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

0,001349 — титр раствора цинка, выраженный в граммах алюминия на 1 см³;

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

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 3 до 5	0,15
Св. 5 „ 7	0,20
„ 7 „ 9	0,25
„ 9 „ 11	0,30
„ 11 „ 13	0,35

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и измерении атомной абсорбции алюминия в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 309,3 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для алюминия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1 : 1 и 2 н.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77 или натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 1%-ный раствор.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 0,5000 г алюминия растворяют в 20 см³ соляной кислоты с добавлением 2—3 см³ раствора перекиси водорода, раствор кипятят для разрушения избытка перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг алюминия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1).

После растворения пробы добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода, кипятят 5 мин, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 25 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ раствора хлористого калия или хлористого натрия, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию алюминия в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 309,3 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0 см³ стандартного раствора алюминия. В каждую колбу добавляют по 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, 10 см³ раствора хлористого калия или хлористого натрия, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию растворов как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, $см^3$;

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

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 25284.1—82 Сплавы цинковые. Методы определения алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Метод основан на образовании устойчивого бесцветного комплексного соединения алюминия с динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилоном Б) в области pH 5—5,5.

(Продолжение см. с. 164)

разложении комплекса алюминия фтористым натрием и титровании освобожденной этилендиаминтетрауксусной кислоты раствором солянокислого цинка».

Пункт 2.2. Одиннадцатый абзац. Исключить ссылку на ГОСТ 5853—51.

Пункт 2.3. Первый абзац. Заменить слова: «избытка окисления» на «избытка окислителя».

Пункт 3.2. Заменить единицу: н. на моль/дм^3.

Пункт 3.3.2. Заменить слова: «2 н. раствора» на «раствора 2 моль/дм^3».

Пункт 3.4.1. Экспликация к формуле. Заменить слова: «V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см^3» на «V — объем раствора пробы, см^3».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru