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 $см^3$ азотной, 300 $см^3$ соляной кислот и 400 $см^3$ воды.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1:10, свежеприготовленная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 $г/дм^3$.

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 $дм^3$ 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, $5 \cdot 10^{-3}$ $моль/дм^3$ водный раствор, содержащий 7,5 $г/дм^3$ 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 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,0002 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ 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 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и после полного растворения навески переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава (см. табл. 2) помещают в стакан вместимостью 100—150 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ 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 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части, $см^3$	Объем добавленного раствора меди, $см^3$
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 $см^3$, добавляют раствор меди в количестве, указанном в табл. 2, разбавляют до 10 $см^3$, прибавляют 7 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, 10 $см^3$ 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 $см^3$ раствора хромазурола S, содержащего синтанол ДС-10 (ОП-10, ОП-7), 5 $см^3$ буферного раствора, переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, 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 $см^3$ помещают 2 $см^3$ раствора меди и далее поступают, как при выполнении анализа (п. 3.3.1).

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В стаканы вместимостью по 50 см^3 помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора Б алюминия, добавляют 2 см^3 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/дм^3 раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 10 г/дм^3.

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/дм^3.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрия гидрат окиси (едкий натр) по ГОСТ 4328, 1 моль/дм^3 раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199 и 2 моль/дм^3 раствор.

Натрий серноватистокислый по НД, раствор 50 г/дм^3.

Мочевина по ГОСТ 6691.

Квасцы железоаммонийные по НД, раствор 100 г/дм^3; готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см^3 воды и 2 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор разбавляют водой до 100 см^3.

Буферный раствор с pH6 готовят следующим образом: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 см^3 воды. Устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя раствор гидроокиси натрия или уксусную кислоту.

Эриохромцианин R, водный раствор 7 г/дм^3; готовят следующим образом: 0,7 г эриохромцианина R растворяют в 2 см^3 концентрированной 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 1000 см^3, 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 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см^3 раствора А помещают 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.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 15 см^3 смеси для растворения при нагревании. После растворения раствор выпаривают досуха. Повторяют еще два раза добавление 15 см^3 смеси для растворения и выпаривание досуха.

К сухому остатку добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты, раствор выпаривают до влажного остатка и эту операцию повторяют два раза. К влажному, охлажденному остатку добавляют 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, разбавляют водой до объема 150 см^3 и выделяют медь электролизом по ГОСТ 1953.1. В электролит добавляют 2 г хлористого аммония, 1 см^3 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 см^3 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 см^3, 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 см^3.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора, см^3
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 см^3, 10 см^3 раствора тиогликолевой кислоты, аммиак, разбавленный 1:1 до появления окраски тиогликолята железа, затем прибавляют 1 моль/дм^3 раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора и 0,5 см^3 избытка кислоты. Добавляют 20 см^3 раствора эриохромцианина *R*, 30 см^3 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 см^3, 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 5 см^3 раствора серноватистокислого натрия, спустя 5—10 мин, добавляют 20 см^3 раствора эриохромцианина *R* и устанавливают pH6 по pH-метру аммиаком, разбавленным 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 30 см^3 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 см^3 помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б алюминия. Во все стаканы или колбы добавляют до 20 см^3 воды, 10 см^3 раствора тиогликолевой кислоты или 2 см^3 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/см^3;

V — объем конечного раствора, см^3;

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/дм^3.

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/дм^3.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрий уксуснокислый.

Буферный раствор: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм^3 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/дм^3.

Тиоацетамид, раствор 50 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Хромазурол *S*, раствор 3 г/дм^3: 0,3 г хромазурола растворяют в 30 см^3 теплой воды (не выше 60 °С), 20 см^3 этилового спирта, отфильтровывают и доливают водой в колбе вместимостью 100 см^3 до метки.

Алюминий по ГОСТ 11069, марки А999 или А99.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см^3 соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают 10 см^3 соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

Раствор В: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 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 см^3, добавляют 20 см^3 смеси для растворения и растворяют на холоду. Добавляют 20 см^3 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 см^3 серной кислоты (1:1) и раствор упаривают досуха. Соли растворяют в 7 см^3 прокопченой азотной кислоты (1:1), добавляют 150 см^3 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 см^3 соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и до метки доливают водой.

В зависимости от массовой доли алюминия в бронзе в стакан вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора: 25 см^3 (от 0,001 % до 0,01 %), 10 см^3 (от 0,01 % до 0,02 %), 5 см^3 (от 0,02 % до 0,04 %), 2,5 см^3 (от 0,04 % до 0,06 %) и упаривают почти досуха. К остатку добавляют 5 см^3 соляной кислоты (0,1 моль/дм^3) и нагревают до растворения. Затем разбавляют водой до 30 см^3, добавляют 1 см^3 раствора тиомочевины, 3 см^3 раствора тиогликолевой кислоты и устанавливают pH = 4 на pH-метре раствором аммиака (1:3) или по универсальной бумаге. Затем добавляют 10 см^3 раствора желатина, 3 см^3 раствора хромазурола и раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 40 см^3 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 см^3 соляной кислоты (1:1) и раствор упаривают досуха. Упаривание повторяют еще 2 раза, каждый раз добавляют по 5 см^3 соляной кислоты (1:1). К сухому остатку добавляют 2,5 см^3 концентрированной соляной кислоты, 50 см^3 воды, раствор нагревают и в горячий раствор добавляют 15 см^3 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 см^3. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора (п. 3.3.1), помещают в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют воды до 30 см^3, 3 см^3 тиогликолевой кислоты и устанавливают pH = 4, на pH-метре раствором аммиака (1:3) или по универсальной бумаге. Затем добавляют 5 см^3 раствора желатина, 3 см^3 раствора хромазурола и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 40 см^3 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 см^3 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 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0 и 2,5 см^3 стандартного раствора В алюминия, добавляют по 5 см^3 раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм^3), воды до объема 30 см^3 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 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см^3 стандартного раствора Б алюминия, добавляют по 5 см^3 раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм^3), воды до объема 30 см^3 и далее поступают, как указано в п. 3.3.1 или п. 3.3.2, только раствор желатина добавляют 5 см^3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия. Кювета с толщиной поглощающего слоя 1 см^3.

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