МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.6:546.621.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

Методы определения алюминия

ГОСТ 15483.8—78 (СТ СЭВ 4806—84)

Tin. Methods for determination of aluminium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,0005 до 0,05 %) в олове всех марок, кроме олова высокой чистоты.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4806 в части фотометрического метода с эриохромцианином. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 15483.0. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ЭРИОХРОМЦИАНИНОМ *R*

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы смеси соляной и бромистоводородной кислот с бромом, отделении олова отгонкой в виде бромида и последующем измерении оптической плотности комплексного соединения алюминия с эриохромцианином *R* при длине волны 530 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр лабораторный.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, и 7 моль/дм^3 раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения: 45 см^3 соляной кислоты, 45 см^3 бромистоводородной кислоты и 10 см^3 брома.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, 2 моль/дм^3 раствор: 116 см^3 ледяной уксусной кислоты вливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 2 моль/дм^3 раствор: 133 см^3 аммиака вливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, добавляют до метки водой и перемешивают.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168.

Аммиачно-ацетатная буферная смесь: смешивают 460 см^3 2 моль/дм^3 раствора уксусной кислоты и 540 см^3 2 моль/дм^3 раствора аммиака. pH полученной смеси 7,7. Величину pH контролируют pH-метром. Если величина pH смеси больше или меньше указанной, то ее устанавливают до нужной добавлением 2 моль/дм^3 раствора уксусной кислоты или аммиака.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Аскорбиновая кислота, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %.

Эриохромцианин *R*, раствор с массовой долей 0,07 %: 0,7 г эриохромцианина растворяют в 2 $см^3$ азотной кислоты при перемешивании и через 2 мин добавляют 70 $см^3$ воды, 0,3 г мочевины, перемешивают и выдерживают 24 ч в темном месте. Затем раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Мочевина.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069.

Растворы алюминия стандартные.

Раствор А (запасной): 0,1000 г алюминия растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой, перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г алюминия.

Раствор Б; готовят в день применения: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску олова массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 10 $см^3$ смеси для растворения, накрывают часовым стеклом и оставляют без нагревания до растворения навески. После растворения олова обмывают стекло 3 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха при температуре 80—90 °С. К охлажденному остатку приливают еще 5 $см^3$ смеси и снова выпаривают досуха. Обработку 5 $см^3$ смеси для растворения повторяют до полного удаления олова. К сухим солям приливают 3 $см^3$ соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода и выпаривают досуха. Если после обработки кислотами солянокислый раствор имеет бурый цвет, то обработку соляной кислотой и перекисью водорода повторяют.

Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ раствора соляной кислоты 7 моль/$дм^3$. При содержании алюминия до 0,005 % в дальнейшем используют весь раствор. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, используя для этого 10 $см^3$ воды. При массовой доле алюминия более 0,005 % солянокислый раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ раствора соляной кислоты 7 моль/$дм^3$, доводят водой до метки и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ в зависимости от массовой доли алюминия отбирают аликвотную часть раствора пробы объемом, приведенным в табл. 1а. При отборе аликвотной части раствора объемом 5 $см^3$ к ней добавляют 5 $см^3$ воды и 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты 7 моль/$дм^3$.

Таблица 1а

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,0005 до 0,005	Весь раствор
Св. 0,005 » 0,03	10
» 0,03 » 0,05	5

Ко всему раствору или к аликвотной части раствора прибавляют 30 $см^3$ аммиачно-ацетатного буферного раствора, 2 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты и 10 $см^3$ раствора эриохромцианина *R*, перемешивая раствор после добавления каждого реактива. Раствор доводят аммиачно-ацетатным буферным раствором до метки и перемешивают. Величина pH раствора проверяется на pH-метре и должна быть 6,2—6,5. При необходимости pH доводят до нужного значения прибавлением по каплям растворов аммиака или уксусной кислоты.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм или на фотоэлектроколориметре, пользуясь светофильтром с областью светопропускания 520—540 нм и кюветами с оптимальной толщиной слоя. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу алюминия в растворе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ вносят по 10 $см^3$ воды, по 1 $см^3$ раствора соляной кислоты 7 моль/$дм^3$, по 30 $см^3$ аммиачно-ацетатного буферного раствора и по 2 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты. Затем в шесть из них приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг алюминия и перемешивают. Во все колбы приливают по 10 $см^3$ раствора эриохромцианина

R, доводят до метки аммиачно-ацетатным буферным раствором, перемешивают и анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

По показаниям оптической плотности и известным содержаниям алюминия в растворах строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 навески олова, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 » 0,002	0,0004
» 0,002 » 0,005	0,0008
» 0,005 » 0,01	0,0015
» 0,01 » 0,04	0,004
» 0,04 » 0,05	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ С АЛЮМИНОНОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на фотометрировании комплексного соединения алюминия с алюминоном. Олово и сурьму отгоняют в виде бромидов, свинец отделяется в виде соединения с тиогликолевой кислотой.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр лабораторный.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения: к 25 см^3 соляной кислоты приливают 25 см^3 бромистоводородной кислоты и 15 см^3 брома.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:2.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Кислота тиогликолевая, раствор с массовой долей 1 %: 2 см^3 раствора тиогликолевой кислоты с массовой долей 95 % помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %.

Смесь тиогликолевой и аскорбиновой кислот; готовят в день применения: смешивают 200 см^3 раствора тиогликолевой кислоты с массовой долей 1 % и 100 см^3 раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 5 %.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Буферный раствор с pH 5,5: 125 г уксуснокислого аммония растворяют в 250 см^3 воды, добавляют 20 см^3 ледяной уксусной кислоты, перемешивают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) по НТД, раствор с массовой долей 0,1 %. Готовят за сутки до употребления.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069.

Растворы алюминия стандартные.

Раствор А (запасной): 0,1000 г алюминия растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г алюминия.

Раствор Б; готовят в день применения: 10,0 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску олова массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ смеси для растворения, накрывают часовым стеклом и оставляют без нагревания до растворения навески. После растворения олова обмывают стекло 3 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха при температуре 80—90 °С. К охлажденному остатку приливают еще 5 $см^3$ смеси и снова выпаривают досуха. Обработку 5 $см^3$ смеси кислот с бромом повторяют до полного удаления олова. К сухим солям приливают 3 $см^3$ соляной кислоты, несколько капель перекиси водорода и выпаривают досуха. Если после обработки кислотами солянокислый раствор имеет бурый цвет, то обработку соляной кислотой и перекисью водорода повторяют.

Остаток смачивают 1 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, приливают 30 $см^3$ воды, 3,0 $см^3$ смеси тиогликолевой и аскорбиновой кислот, 2,0 $см^3$ раствора тиомочевины, перемешивая после прибавления каждого реактива.

Если белый осадок соединения свинца с тиогликолевой кислотой выпал, его отфильтровывают через тампон из фильтробумажной массы и промывают 2—3 раза водой.

Устанавливают pH раствора 4,7—5,0 (с помощью pH-метра), используя раствор аммиака, разбавленного 1:1, и азотную кислоту, разбавленную 1:2. Затем приливают 15 $см^3$ буферного раствора, 2,0 $см^3$ раствора алюминона. Через 10 мин переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 520 нм или на фотоэлектроколориметре, пользуясь светофильтром с областью светопропускания 510—530 нм и кюветами с оптимальной толщиной слоя.

В качестве раствора сравнения используют нулевой раствор (см. п. 3.3.2).

Из показаний оптической плотности анализируемого раствора вычитают показания оптической плотности контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Количество алюминия в растворе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отмеряют микробюреткой 0; 0,3; 0,6; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 $см^3$ стандартного раствора Б, приливают 1 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, 30 $см^3$ воды и далее поступают как в п. 3.3.1.

В качестве раствора сравнения используют нулевой раствор.

По показаниям оптической плотности и известным содержаниям алюминия в растворах строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. 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 навески олова, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 » 0,002	0,0005

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.С. Баев, Т.П. Алманова, Г.М. Власова, В.С. Мешкова, Л.В. Мищенко, Л.Д. Савилова, Р.Д. Тресницкая

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.12.78 № 3300**

3. **Стандарт соответствует СТ СЭВ 4806—84 в части фотометрического метода с эриохромцианином**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 15483.8—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2; 3.2
ГОСТ 2062—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3117—78	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2
ГОСТ 4109—79	2.2; 3.2
ГОСТ 4168—79	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 6344—73	3.2
ГОСТ 10929—76	2.2; 3.2
ГОСТ 11069—74	2.2; 3.2
ГОСТ 14261—77	2.2; 3.2
ГОСТ 15483.0—78	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1984 г., октябре 1985 г., июне 1989 г. (ИУС 12—84, 1—86, 10—89)**

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *В И Кануркина*
Компьютерная верстка *А Н Золотаревой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 26 04 99 Подписано в печать 07 06 99 Усл печ.л 0,93 Уч -изд.л 0,60
Тираж 131 экз С 2968 Зак 477

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