

ГОСТ 25284.1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
М и н с к

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 Беларусь Республика Молдова Российская Федерация Украина	Госстандарт Беларуси Молдовастандарт Госстандарт России 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

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 комплексометрический, 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 Ацетилден растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 25284.1—95

- 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 серноватистоокислый (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/дм³.
Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор: 65 г трилона Б растворяют в 750 см³ воды при нагревании, охлаждают и доводят до объема 1 дм³.
Аммиак водный по ГОСТ 3760.
Натрия фторид по ГОСТ 4463, насыщенный раствор: 60 г фторида натрия растворяют в 1 дм³ 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 см³ воды, добавляют 15 см³ уксусной кислоты и разбавляют полученный раствор водой до 500 см³. 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 ректифицированный 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, см ³
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

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

где V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³;

V_2 — объем стандартного раствора цинка, израсходованного на титрование освобожденного трилона Б, см³;

m — масса навески пробы, г;

0,001349 — массовая концентрация раствора цинка, выраженная в граммах алюминия на 1 см³ раствора, г/см³.

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

Т а б л и ц а 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/дм³.

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-диоксида 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

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

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 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г меди.

Раствор Б: 0,1 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 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ 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 см³ и растворяют в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, сначала на холоде, затем при нагревании. После растворения пробы удаляют оксиды азота при нагревании, не давая раствору упариваться. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2 см³ раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 3 см³ воды, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 0,3 см³ раствора тиосульфата натрия, тщательно перемешивая раствор после добавления каждого реактива, доводят до метки ацетатным раствором алюминия и перемешивают.

6.3.2 Для приготовления раствора сравнения в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 0,3 см³ раствора тиосульфата натрия, перемешивают, доводят до метки ацетатным раствором алюминия и перемешивают.

6.3.3 Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора алюминия (раствор Б), добавляют воды до 5 см³, по 1 капле азотной кислоты, разбавленной 1:1, по 0,1 см³ 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 см³ 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.

ГОСТ 25284.1—95

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю алюминия X , %, находят по формуле

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

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 № 080402