

## СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

## Методы определения алюминия

Magnesium alloys.  
Methods for determination of aluminium

ГОСТ  
3240.1—76

МКС 77.120.20  
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

1. Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,5 до 12 %) и фотометрический метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,003 до 0,4 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 3240.0.

## 2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении алюминия из раствора добавлением бензойнокислого аммония. После растворения осадка в соляной кислоте алюминий связывают при нагревании раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б), которую прибавляют с избытком. Избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка при pH 5,5—5,8, применяя в качестве индикатора ксиленоловый оранжевый.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор, разбавленный 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор, разбавленный 1:5.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, 50 %-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Раствор буферный с pH 5,8; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см<sup>3</sup> воды и прибавляют 20 см<sup>3</sup> уксусной кислоты.

Аммоний бензойнокислый, 10 и 0,5 %-ные растворы.

Метиловый оранжевый (индикатор), 0,1 %-ный раствор; готовят и хранят по ГОСТ 4919.1.

Ксиленоловый оранжевый, 0,1 %-ный раствор; готовят и хранят по ГОСТ 4919.1.

Цинк по ГОСТ 3640.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,05 М раствор: 18,613 г трилона Б растворяют в 600 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. Титр раствора трилона Б определяют следующим образом: 1 г цинка растворяют в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г цинка.

## С. 2 ГОСТ 3240.1—76

10 см<sup>3</sup> этого раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, вводят 1—2 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют аммиаком до желтой окраски. В колбу приливают 20 см<sup>3</sup> буферного раствора и титруют раствором трилона Б с использованием ксиленолового оранжевого до перехода окраски раствора из красной в желтую.

Титр раствора трилона Б (Т), выраженный в г/см<sup>3</sup> алюминия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V \cdot 2,423},$$

где  $m$  — масса навески цинка, взятая для установки титра, г;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

2,423 — коэффициент пересчета цинка на алюминий.

Цинк уксуснокислый, 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 10,95 г уксуснокислого цинка растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и разбавляют до 1 дм<sup>3</sup> водой.

Соотношение раствора трилона Б и раствора уксуснокислого цинка устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и разбавляют водой до 100—150 см<sup>3</sup>. Раствор нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:5, до желтой окраски метилового оранжевого, добавляют 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, несколько капель индикатора и титруют раствором уксуснокислого цинка до розовой окраски.

Соотношение концентраций раствора трилона Б и раствора уксуснокислого цинка ( $K$ ) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2},$$

где  $V_1$  — объем раствора трилона Б, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора трилона Б, см<sup>3</sup>.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 2.3. Проведение анализа

Массу навески сплава берут в зависимости от содержания алюминия в количестве, указанном в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески сплава, г
От 0,5 до 2,0	1,0
Св. 2,0 » 4,0	0,5
» 4,0 » 8,0	0,25
» 8,0 » 10,0	0,2
» 10,0 » 12,0	0,1

Навеску помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> воды и небольшими порциями 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. После окончания растворения добавляют несколько капель азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота.

Охлажденный раствор нейтрализуют аммиаком до образования мути, которую растворяют несколькими каплями соляной кислоты, разбавленной

1:1, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия и осторожно нейтрализуют раствор по бумаге «конго» соляной кислотой, разбавленной 1:1, до перехода окраски бумаги «конго» из красной в фиолетовую.

К раствору прибавляют 25 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора бензойнокислого аммония, разбавляют горячей водой до 300 см<sup>3</sup>, перемешивают стеклянной палочкой и нагревают до кипения.

После выпадения осадка стакан снимают с плиты, оставляют на 10—15 мин в теплом месте и отфильтровывают на двойной фильтр средней плотности.

Стакан и осадок промывают 6—8 раз 0,5 %-ным раствором бензойнокислого аммония. Осадок смывают струей горячей воды в тот же стакан, где проводилось растворение навески, затем фильтр промывают 25 см<sup>3</sup> горячей соляной кислотой и 5—6 раз горячей водой. Раствор нагревают до полного растворения осадка, выпаривают до объема 100 см<sup>3</sup> и прибавляют раствор трилона Б 20—25 см<sup>3</sup>. Затем

раствор нагревают до кипения, нейтрализуют аммиаком до желтой окраски метилового оранжевого, прибавляют 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, охлаждают, добавляют 5—7 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором уксуснокислого цинка до розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{[V_3 - (V_4 \cdot K)] \cdot T \cdot 100}{m},$$

где  $V_3$  — объем раствора трилона Б, добавленный к испытуемому раствору, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

$K$  — соотношение концентраций раствора трилона Б и раствора уксуснокислого цинка;

$T$  — титр раствора трилона Б, выраженный в г/см<sup>3</sup> алюминия;

$m$  — масса навески, г.

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

#### 2.5 Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли алюминия от 0,5 до 12 % используют государственные стандартные образцы, отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли алюминия, используя метод добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Т а б л и ц а 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1,5	0,05
Св. 1,5 » 4,0	0,15
» 4,0 » 8,0	0,2
» 8,0 » 12,0	0,3

### 3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании алюминием с эриохромцианином  $R$  комплексного соединения при pH 5,8, окрашенного в малиново-красный цвет. Окрашенный раствор фотометрируют при  $\lambda_{\max} = 538$  нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФ-4А или фотоколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, перегнанная, растворы разбавленный 1:1 и 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор, разбавленный 1:5.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный свежеприготовленный раствор.

Эриохромцианин  $R$ , 0,05 %-ный раствор; готовят следующим образом: 0,1 г эриохромцианина  $R$  растворяют в 195 см<sup>3</sup> воды с добавлением 5 см<sup>3</sup> уксусной кислоты.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Раствор буферный с pH 5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды и приливают 20 см<sup>3</sup> уксусной кислоты.

Бумага «конго».

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517.

Посуда, промываемая кипячением с соляной кислотой и бидистиллированной водой.

Кислота фенолсульфоновая, 1 %-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962\*.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

## С. 4 ГОСТ 3240.1—76

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'—тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор; готовят следующим образом: 1 г трилона Б растворяют в 95 см<sup>3</sup> воды с добавлением 5 см<sup>3</sup> этилового спирта.

Магний по ГОСТ 804 степени чистоты не менее 99,9 %, содержащий не более 0,003 % алюминия. Алюминий по ГОСТ 11069 марки А195.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1 и доводят до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,001 мг алюминия.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.3. Проведение анализа

#### 3.3.1. (Исключен, Изм. № 1).

#### 3.3.2. Проведение анализа при отсутствии циркония и бериллия

Массу навески сплава 0,1 г растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

При массовой доле алюминия в сплаве до 0,009 % фотометрируют весь раствор. При массовой доле алюминия в сплаве свыше 0,009 % отбирают аликвотные части, указанные в табл. 3, из мерной колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, которую доливают до метки водой и перемешивают. Приливают 20—30 см<sup>3</sup> воды, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге «конго» до темно-сиреневого цвета.

Т а б л и ц а 3

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,003 до 0,009	Весь раствор
Св. 0,009 » 0,04	20
» 0,04 » 0,2	5
» 0,2 » 0,4	2

К нейтрализованному раствору прибавляют пипеткой 2 см<sup>3</sup> аскорбиновой кислоты, 2 см<sup>3</sup> эриохромцианина R и выдерживают в течение 15 мин. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов при  $\lambda_{\max} = 538$  нм, пользуясь соответствующими кюветами. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

#### 3.3.3. Проведение анализа в присутствии циркония

0,5 г навески растворяют при нагревании в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и прибавляют 50 см<sup>3</sup> горячей воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> фениларсоновой кислоты на каждый 1 % циркония в сплаве и раствор осторожно нагревают до кипения. Охлажденный раствор доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют.

В зависимости от массовой доли алюминия в сплаве отбирают аликвотные части раствора, указанные табл. 4.

Аликвотную часть раствора помещают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до 30 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге «конго» до темно-сиреневого цвета и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.2.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

#### 3.3.4. Проведение анализа в присутствии бе-

риллия

Для каждого определения берут две аликвотные части раствора, приготовленного, как указано в п. 3.3.2. С одной аликвотной частью раствора поступают, как указано в п. 3.3.2, затем измеряют оптическую плотность. В другую аликвотную часть добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нейтрализуют аммиаком по бумаге «конго» до темно-сиреневого цвета и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.2,

Т а б л и ц а 4

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
От 0,003 до 0,009	25
Св. 0,009 » 0,04	10
» 0,04 » 0,20	2
» 0,20 » 0,4	1

затем измеряют оптическую плотность. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта с добавлением 5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. В шесть мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают по 30 см<sup>3</sup> воды, по 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:5, и добавляют стандартного раствора В 0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см<sup>3</sup>, что соответствует 0; 2 · 10<sup>-6</sup>; 3 · 10<sup>-6</sup>; 5 · 10<sup>-6</sup>; 7 · 10<sup>-6</sup> и 1 · 10<sup>-5</sup> г алюминия. Растворы кипятят, охлаждают, проводят нейтрализацию по бумаге «конго» до темно-сиреневого цвета и далее прибавляют все реактивы, как указано в п. 3.3.1. По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям алюминия строят градуировочный график.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.5. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m \cdot V_1 \cdot 100}{m_1 \cdot V_2},$$

где  $m$  — количество алюминия, найденное по градуировочному графику, г;

$V_1$  — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески сплава, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

### 3.6. Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли алюминия от 0,003 до 0,4 % используют государственные стандартные образцы, отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль правильности результатов определения алюминия, используя метод добавок.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

Т а б л и ц а 5

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,003 до 0,01	0,001
Св. 0,01 » 0,03	0,004
» 0,03 » 0,09	0,01
» 0,09 » 0,20	0,02
» 0,20 » 0,40	0,03

## 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии азотной кислоты и последующем измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени ацетилен — закись азота. Высота фотометрируемого участка 2 см. Компоненты магниевых сплавов, а также примеси помех анализу не оказывают, однако для идентифицирования условий распыления анализируемых, а также градуировочных растворов необходимо примерное уравнивание содержания кислот, а также основы сплава в градуировочных и анализируемых растворах.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 перегнанная, плотностью 1,12 г/см<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

Закись азота в баллонах медицинская.

Калий хлористый по НТД, 10 %-ный раствор.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Раствор магния в 50 г/дм<sup>3</sup>: 50 г магния осторожно растворяют в 800 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки и перемешивают.

## С. 6 ГОСТ 3240.1—76

Алюминий первичный по ГОСТ 11069, марки А 99.

Стандартный раствор алюминия: 1 г металлического алюминия растворяют в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1 мг алюминия.

### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:1 с последующим окислением 5—10 каплями азотной кислоты. Раствор кипятят для удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлорида калия, доливают водой до метки и перемешивают.

Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

Измеряют атомную абсорбцию алюминия в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика на атомно-абсорбционном спектрофотометре относительно дистиллированной воды при длине волны 309,3 нм в пламени ацетилен — закись азота.

Концентрацию алюминия в пробе и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

### 4.3.2. Построение градуировочного графика

В серию мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> вводят по 4 см<sup>3</sup> раствора магния, по 5 см<sup>3</sup> раствора хлорида калия, а также 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, что соответствует 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 мг алюминия, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию алюминия согласно п. 4.3.1.

Из полученных значений атомной абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащий стандартный раствор, и по полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

### 4.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_2$  — масса алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы, взятая для спектрофотометрирования, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 6.

Т а б л и ц а 6

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1,0 до 2,0	0,05
Св. 2,0 » 6,0	0,07
» 6,0 » 12,0	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 4.5. Контроль точности измерений

4.5.1. Контроль точности измерений массовой доли алюминия проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889
3. ВЗАМЕН ГОСТ 3240—56 в части разд. V
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.5, 3.6	ГОСТ 4461—77	2.2, 4.2
ГОСТ 61—75	2.2, 3.2	ГОСТ 4517—87	3.2
ГОСТ 199—78	2.2	ГОСТ 4919.1—77	2.2
ГОСТ 804—93	3.2, 4.2	ГОСТ 5457—75	4.2
ГОСТ 3117—78	2.2, 3.2	ГОСТ 5823—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 5962—67	3.2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 10652—73	2.2, 3.2
ГОСТ 3640—94	2.2	ГОСТ 11069—2001	3.2, 4.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 25086—87	2.5, 3.6

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)
6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)