

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения алюминия

Tin bronze. Methods for the determination of aluminium

ГОСТ

1953.8—79*

(СТ СЭВ 1532—79)

Взамен

ГОСТ 1953.8—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1979 г. № 3899 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1532—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ЭРИОХРОМЦИАНИНОМ

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.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание, июнь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1983 г.; Пост. № 897 от 22.02.83 (ИУС 6—83)

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1 М. раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 1:50.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Кислота хлорная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Бромная смесь, свежеприготовленная; готовят следующим образом: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78 и 2 М раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы 100 и 20 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Буферный раствор pH 6; готовят следующим образом: 40 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм³ воды. Проверяют и устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя гидроокись натрия или уксусную кислоту.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Эриохромцианин R, водный раствор 0,7 г/дм³; готовят следующим образом: 0,7 г эриохромцианина растворяют в 2 см³ азотной кислоты при постоянном перемешивании в течение 2 мин, добавляют 60 см³ воды, 0,3 г мочевины и выдерживают 24 ч в темном месте. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Хранят в темной склянке.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор 100 г/дм³ готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см³ воды с добавлением 1 см³ концентрированной серной кислоты и разбавляют водой до 100 см³.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006—78.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1:99, свежеприготовленная.

Алюминий по ГОСТ 11069—74, марки А999.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ со-

ляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³, добавляют 10 см³ бромной смеси, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют по каплям бром. По окончании растворения приливают к раствору 20 см³ 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 мл серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты.

Растворяют соли при нагревании в 50 см³ 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 см³, ополаскивая стенки стакана горячей водой, добавляют 5 см³ бутилового спирта и перемешивают. Затем в колбу постепенно добавляют при хорошем перемешивании при навеске 0,25—25 см³ раствора гидроокиси натрия (200 г/дм³) и 20 см³ 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/дм³). Затем раствор нейтрализуют концентрированной соляной кислотой до pH 3 по универсальной индикаторной бумаге и упаривают до объема 25 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью

мостью 100 см³, ополаскивают стенки стакана водой так, чтобы объем раствора в мерной колбе не превышал 30 см³.

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 см³ добавляют 1 каплю раствора железоаммонийных квасцов, 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты и по каплям раствор аммиака до появления грязно-фиолетовой окраски тиогликолята железа. Затем по каплям прибавляют 1 М раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора и сверх этого 0,5 см³ избытка, добавляют 20 см³ раствора эриохромцианина R, 30 см³ 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 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б алюминия, разбавляют водой до 30 см³ 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. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

Таблица 1а

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,005	0,0005
Св. 0,005 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,03	0,003
» 0,03 » 0,05	0,005
» 0,05 » 0,10	0,008
» 0,10 » 0,15	0,010
» 0,15 » 0,25	0,015

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ХРОМАЗУРОЛОМ И НЕИОННОГЕННЫМИ ПОВЕРХНОСТНО- АКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса алюминия с хромазуолом S и неионногенными поверхностно-активными веществами.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

рН-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот для растворения, свежеприготовленная; готовят следующим образом: смешивают 100 см³ азотной, 300 см³ соляной кислот и 400 см³ воды.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1:10, свежеприготовленная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Буферный раствор с рН 7; готовят следующим образом: 100 г безводного или 165 г кристаллического уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм³ воды и добавлением уксусной кислоты с помощью рН-метра устанавливают рН 7,0.

Синтанол ДС-10, допускается применение ОП-10 и ОП-7.

Хромазурол S, 5·10⁻³ М водный раствор, содержащий 7,5 г/дм³ синтанола ДС-10 (ОП-10, ОП-7).

Алюминий по ГОСТ 11069—74, марки А—999 или 9999.

Стандартный раствор алюминия. Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0002 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,000002 г алюминия.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78, марки М0 или М00.

Раствор меди; готовят следующим образом: 10 г меди растворяют в 80 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и после полного растворения навески переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава (см. табл. 2) помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, добавляют 20 см³ 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 см³, 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 см³, добавляют раствор меди в количестве, указанном в табл. 2, разбавляют до 10 см³, прибавляют 7 см³ раствора гидроксида натрия, 10 см³ тиогликолевой кислоты и перемешивают до полного растворения осадка. Затем устанавливают раствором гидроксида натрия или азотной кислотой, разбавленной 1:1, рН 7 по рН-метру или универсальной индикаторной бумаге, добавляют 5 мл раствора хромазуrolа S, содержащего синтанол ДС-10 (ОП-10, ОП-7), 5 см³ буферного раствора, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, 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 см³ помещают 2 мл раствора меди и далее поступают, как при выполнении анализа (п. 3.3.1).

3.3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 50 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ раствора Б алюминия, добавляют 2 см³ 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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1} \cdot 100$$

где m — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для анализа, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

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—75.

pH-метр.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

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

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор 10 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота тиогликоливая, разбавленная 1:99, свежеприготовленная.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения свежеприготовленная, готовят следующим образом: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:10.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72 и раствор 20 г/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Натрия гидрат окиси (едкий натр) по ГОСТ 4328—77, 1М раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78 и 2М раствор.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 4216—78, раствор 50 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор 100 г/дм³; готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см³ воды и 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор разбавляют водой до 100 см³.

Буферный раствор с рН 6 готовят следующим образом: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 см³ воды. Устанавливают рН раствора на рН-метре, добавляя раствор гидроокиси натрия или уксусную кислоту.

Эриохромцианин *R*, водный раствор 7 г/дм³; готовят следующим образом: 0,7 г эриохромцианина *R* растворяют в 2 см³ концентрированной азотной кислоты при постоянном перемешивании в течение 2 мин. Добавляют 60 см³ воды, 0,3 г мочевины и выдерживают 24 ч в темном месте. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Хранят в темной склянке.

Алюминий по ГОСТ 11069—74 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 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³ и растворяют в 15 см³ смеси для растворения при нагревании. После растворения раствор выпаривают досуха. Повторяют еще два раза добавление 15 см³ смеси для растворения и выпаривание досуха.

К сухому остатку добавляют 10 см³ концентрированной азотной кислоты, раствор выпаривают до влажного остатка и эту операцию повторяют два раза. К влажному, охлажденному остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, разбавляют водой до объема 150 см³ и выделяют медь электролизом по ГОСТ 1953.1—79. В электролит добавляют 2 г хлористого аммония, 1 см³ 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 см³ 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 см³, 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 см³.

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 см³, 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты, аммиак, разбавленный 1:1, до появления окраски тиогликолята железа, затем прибавляют 1М раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора и 0,5 см³ избытка кислоты. Добавляют 20 см³ раствора эриохромцианина R, 30 см³ 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 см³, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора серноватистокислого натрия, спустя 5—10 мин, добавляют 20 см³ раствора эриохромцианина R и устанавливают pH 6 по pH-метру аммиаком, разбавленным 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 30 см³ 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 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б алюминия. Во все стаканы или колбы добавляют до 20 см³ воды, 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты или 2 см³ 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.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

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 двумя платиновыми электродами по ГОСТ 6563—73.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 2М раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения свежеприготовленная; готовят следующим образом: 9 частей бромистоводородной кислоты смешивают с одной частью брома.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Алюминий по ГОСТ 11069—74, 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 см³ соляной кислоты с добавлением 2—3 см³ перекиси водорода. Удаляют избыток перекиси водорода кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2М раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г алюминия.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и осторожно добавляют 15 см³ смеси для раство-

рения. После растворения осторожно выпаривают раствор досуха. Выпаривание с 15 см³ смеси для растворения повторяют еще дважды, выпаривая в каждом случае раствор досуха. К сухому остатку добавляют 10 см³ азотной кислоты и выпаривают до сиропообразного состояния. Повторяют выпаривание с 10 см³ азотной кислоты, разбавляют водой до объема 150 см³ и проводят электролиз по ГОСТ 1953.1—79.

Электролит выпаривают до объема 10 см³, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ 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 см³ помещают 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 и 15,0 см³ стандартного раствора Б алюминия; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора А алюминия. Во все колбы добавляют по 10 см³ 2М 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/см³;

V — объем конечного раствора, см³;

m — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1а.

Разд. 4, 5. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.08.90 № 2414

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «оловянных бронз по ГОСТ 5017—74, ГОСТ 614—73 и ГОСТ 613—79».

Пункт 1.1. Заменить слова: «по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях» на «по ГОСТ 25086—87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1—79».

Раздел 2. Наименование дополнить словами: «(от 0,001 до 0,06 %)».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «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 , %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0005	0,0007
Св. 0,005 » 0,01 »	0,002	0,003
» 0,01 » 0,03 »	0,003	0,004
» 0,03 » 0,05 »	0,005	0,007
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,01
» 0,10 » 0,15 »	0,010	0,014
» 0,15 » 0,25 »	0,015	0,021

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.4.3, 2.4.4:

«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

(Продолжение см. с. 72)

8.315—78, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Раздел 3. Наименование дополнить словами: «(от 0,001 до 0,06 %)».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости), указанных в табл. 1а».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.4.3, 3.4.4: «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».

Раздел 4. Наименование дополнить словами: «(от 0,01 до 0,25 %)».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n=3$), указанных в табл. 1а».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.4.3, 4.4.4: «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».

Пункт 5.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n=3$), указанных в табл. 1а».

Раздел 5 дополнить пунктами — 5.4.3, 5.4.4: «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—78, или сопоставлением результатов, полученных одним из фотометрических методов, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделом — 6:

(Продолжение см. с. 73)

«6. Фотометрический метод определения алюминия с хромазуолом S
(от 0,001 до 0,06 %)

6.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса алюминия с хромазуолом S и измерением его оптической плотности после предварительного удаления олова в виде тетрабромида, отделении меди электролизом или отделением мешающих элементов тиацетамидом.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:100 и раствор 0,1 моль/дм³

Кислота хлорная.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота тиогликолевая, разбавленная 1:20, свежеприготовленная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:3.

Желатин, раствор 10 г/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Натрий уксуснокислый.

Буферный раствор: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1 дм³ воды. Устанавливают pH-5,7—5,8 на pH-метре, в случае необходимости добавляют раствор аммиака или уксусной кислоты.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор 100 г/дм³.

Тиацетамид, раствор 50 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Хромазуол S, раствор 3 г/дм³: 0,3 г хромазуола растворяют в 30 см³ теплой воды (не выше 60 °С), 20 см³ этилового спирта, отфильтровывают и доливают водой в колбе вместимостью 100 см³ до метки.

Алюминий по ГОСТ 11069—74 марки А999 или А99.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1 г алюминия растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают 10 см³ соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

Раствор В: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,000005 г алюминия.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Для бронз, содержащих свинец, как примесь

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 20 см³ смеси для растворения и растворяют на холоду. Добавляют 20 см³ 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 см³ серной кислоты (1:1) и раствор упаривают досуха. Соли растворяют в 7 см³ прокопченной азот-

(Продолжение см. с. 74)

ной кислоты (1:1), добавляют 150 см³ 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 см³ соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и до метки доливают водой.

В зависимости от массовой доли алюминия в бронзе в стакан вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора: 25 см³ (от 0,001 до 0,01 %), 10 см³ (от 0,01 до 0,02 %), 5 см³ (от 0,02 до 0,04 %), 2,5 см³ (от 0,04 до 0,06 %) и упаривают почти досуха. К остатку добавляют 5 см³ соляной кислоты (0,1 моль/дм³) и нагревают до растворения. Затем разбавляют водой до 30 см³, добавляют 1 см³ раствора тиомочевины, 3 см³ раствора тиогликолевой кислоты и устанавливают рН=4 на рН-метре раствором аммиака (1:3) или по универсальной бумаге. Затем добавляют 10 см³ раствора желатина, 3 см³ раствора хромазурола и раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 40 см³ 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 см³ соляной кислоты (1:1) и раствор упаривают досуха. Упаривание повторяют еще 2 раза, каждый раз добавляют по 5 см³ соляной кислоты (1:1). К сухому остатку добавляют 2,5 см³ концентрированной соляной кислоты, 50 см³ воды, раствор нагревают и в горячий раствор добавляют 15 см³ тиацетамида 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 см³. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора (п. 3.3.1), помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют воды до 30 см³, 3 см³ тиогликолевой кислоты и устанавливают рН=4, на рН-метре раствором аммиака (1:3) или по универсальной бумаге. Затем добавляют 5 см³ раствора желатина, 3 см³ раствора хромазурола и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 40 см³ 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 кювете с толщиной поглощающего слоя 2 или 1 см по отношению к контрольному опыту, проведенному через весь ход анализа, но с добавлением 2 см³ тиацетамида.

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 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора В алюминия, добавляют по 5 см³ раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм³), воды до объема 30 см³ 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 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора Б алюминия, добавляют по 5 см³ раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм³), воды до объема 30 см³ и далее поступают, как указано в п. 3.3.1 или п. 3.3.2, только раствор желатина добавляют 5 см³. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия. Кювета с толщиной поглощающего слоя 1 см³.

6.4. Обработка результатов

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

(Продолжение см. с. 75)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1953.8—79)

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

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 раз-

(Продолжение см. с. 76)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1953.8—79)

личных 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—78, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87.

6.4.5. Фотометрический метод с хромазуолом S применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз».

(ИУС № 11 1990 г.)