

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ**Методы определения алюминия**

Zinc alloys. Methods for the determination
of aluminium

ГОСТ
25284.1—82
(СТ СЭВ 2929—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.

до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения алюминия при массовой доле его от 3 до 13% в цинковых сплавах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2929—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0—82.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода, образовании комплексных соединений металлов с ди-Na-ЭДТА при pH 5—5,5, разложении комплекса алюминия хлористым натрием и титровании освобожденного ЭДТА раствором солянокислого цинка.

2.2. Реактивы и растворы

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.



Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 20 %-ный раствор.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, насыщенный раствор: 60 г фтористого натрия растворяют в 1000 см³ горячей воды и после охлаждения фильтруют.

Натрий уксуснокислый ($\text{CH}_3\text{CCONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) по ГОСТ 199—78.

Буферный раствор с pH 5—5,5: 135 г уксуснокислого натрия растворяют в 300 см³ воды, добавляют 15 см³ уксусной кислоты и доливают водой до объема 500 см³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73 раствор: 65 г ди-Na-ЭДТА растворяют в 750 см³ горячей воды, охлаждают и доливают до объема 1000 см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51 раствор: 0,02 г метилового красного растворяют в 100 см³ этилового спирта.

Ксиленоловый оранжевый, 1 %-ный раствор.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Цинк солянокислый, раствор 0,05 М: 3,269 г цинка растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты в стакане вместимостью 250 см³, накрывают часовым стеклом. Раствор разбавляют водой до объема 100 см³, добавляют две капли раствора метилового красного, нейтрализуют аммиаком, затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты до перехода окраски в красную, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ этого раствора соответствует 1,349 мг алюминия.

2.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты. Добавляют несколько капель раствора перекиси водорода до полного растворения пробы, а затем 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина для разрушения избытка окисления. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. В зависимости от содержания алюминия отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1 в коническую колбу вместимостью 500 см³.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 3 до 6	25
Св. 6 " 8	20
" 8 " 13	10

К раствору добавляют 100 см³ воды, 50 см³ раствора ди-На-ЭДТА, 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 раствором солянокислого цинка до перехода окраски в красную. Добавляют 25 см³ раствора фтористого натрия, кипятят 2—3 мин, охлаждают и титруют освобожденный трилон раствором солянокислого цинка до перехода окраски в красную.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot 0,001349 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора цинка, израсходованный на второе титрование, см³;

0,001349 — титр раствора цинка, выраженный в граммах алюминия на 1 см³;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %				Абсолютные допускаемые расхождения, %
От	3	до	5	0,15
Св.	5	.	7	0,20
.	7	.	9	0,25
.	9	.	11	0,30
.	11	.	13	0,35

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и измерении атомной абсорбции алюминия в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 309,3 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для алюминия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 2 н.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77 или натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 1%-ный раствор:

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартный раствор алюминия: 0,5000 г алюминия растворяют в 20 см³ соляной кислоты с добавлением 2—3 см³ раствора перекиси водорода, раствор кипятят для разрушения избытка перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг алюминия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1:1).

После растворения пробы добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода, кипятят 5 мин, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 25 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ раствора хлористого калия или хлористого натрия, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию алюминия в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 309,3 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0 см³ стандартного раствора алюминия. В каждую колбу добавляют по 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, 10 см³ раствора хлористого калия или хлористого натрия, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию растворов как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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

Изменение № 1 ГОСТ 25284.1—82 Сплавы цинковые. Методы определения алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Метод основан на образовании устойчивого бесцветного комплексного соединения алюминия с динатриевой солью этилендиамина тетрауксусной кислоты (трилоном Б) в области рН 5—5,5.

(Продолжение см. с. 164)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25284 1—82)

разложении комплекса алюминия фтористым натрием и титровании освобожденной этилендиаминтетрауксусной кислоты раствором солянокислого цинка».

Пункт 2.2. Одиннадцатый абзац. Исключить ссылку на ГОСТ 5853—51.

Пункт 2.3. Первый абзац. Заменить слова: «избытка окисления» на «избытка окислителя».

Пункт 3.2. Заменить единицу: н. на моль/дм³.

Пункт 3.3.2. Заменить слова: «2 н. раствора» на «раствора 2 моль/дм³».

Пункт 3.4.1. Экспликация к формуле. Заменить слова: « V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см³» на « V — объем раствора пробы, см³».

(ИУС № 11 1987 г.)