



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Е С Т А Н Д А Р Т Ы
С О Ю З А С С Р

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ
ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

ГОСТ 11739.1—90, ГОСТ 11739.2—90,
ГОСТ 11739.4—90, ГОСТ 11739.5—90,
ГОСТ 11739.8-90 — ГОСТ 11739.10-90,
ГОСТ 11739.16-90 — ГОСТ 11739.19-90,
ГОСТ 11739.21—90, ГОСТ 11739.22—90,
ГОСТ 11739.25—90, ГОСТ 11739.26—90

Издание официальное

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ**

Методы определения оксида алюминия

ГОСТ

11739.1—90

Aluminum casting and wrought alloys
Methods for determination of aluminium oxide

ЭКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91

до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения оксида алюминия (при суммарной массовой доле поверхного и включенного оксида алюминия от 0,002 до 1,0 % и при массовой доле включенного оксида алюминия от 0,002 до 0,05 % соответственно) в сплавах, содержащих до 1 % кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ОКСИДА АЛЮМИНИЯ****2.1 Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси бромистого калия, брома и этилацетата, отделении нерастворившегося оксида алюминия, сплавлении оксида алюминия с пиросернокислым калием, растворении плава, образовании фиолетово-красного комплекса алюминия с эриохромцианином — Р и измерении оптической плотности раствора при длине волны 535 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы
Печь муфельная

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.
рН-метр.

Бром по ГОСТ 4109.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—5077, свежепрокаленный при температуре (500 ± 50) °С.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, сушат при температуре (500 ± 50) °С в течение 2 ч, сохраняют в эксикаторе над хлористым кальцием.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, обезвоживают прокаливанием при температуре (500 ± 50) °С.

Эфир метиловый уксусной кислоты по ТУ 6—09—3851 (метил-ацетат) или эфир этиловый уксусной кислоты (этилацетат) по ТУ 6—09—667, перегоняют, отбирая фракцию метилацетата при температуре (57 ± 1) °С, фракцию этилацетата при температуре (77 ± 1) °С. В колбу с перегнанным эфиром вносят патрончики из фильтровальной бумаги с безводным сернокислым магнием и закрывают плотно пришлифованной пробкой.

Смесь реакционная к 65 см³ метилацетата (этилацетата) добавляют 1,8—2,0 г бромистого калия и 7 см³ брома (для растворения пробы массой 1 г).

Смесь реакционная для промывания фильтров готовят так же, как смесь реакционную, но из реагентов без специальной осушки; разбавляют метилацетатом (этилацетатом) в соотношении 1:10.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 или по ГОСТ 3118, перегнанная в кварцевом аппарате, плотностью 1,19 г/см³, растворы 1·1 и 0,1 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³, растворы 0,125 моль/дм³ и 0,5 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172

Кислота тиогликолевая

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 1 моль/дм³ и 0,25 моль/дм³.

Эриохромцианин — Р по ТУ 6—09—3115, раствор 1 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, плотностью 1,07 г/см³.

Аммоний уксуснокислый по ТУ 6—09—1312.

Буферный раствор с pH 6·46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия помещают в стакан вместимостью 500 см³, растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают раствор водой до метки и перемешивают. Устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя в случае необходимости раствор гидроксида натрия 1 моль/дм³ или уксусную кислоту.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Стандартные растворы алюминия:

Раствор А: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании, поддерживая постоянный объем той же кислотой. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г алюминия.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. При определении суммы поверхностного и включенного оксида алюминия пробу массой 1—2 г используют без специальной обработки.

2.3.2. При определении включенного оксида алюминия используют пробу в виде пластиинки массой 1—1,5 г. Перед началом анализа пластиинку зачищают напильником от плены образовавшегося поверхностного оксида и хранят до взвешивания в бюксе под слоем этилового спирта (25—30 см³).

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску пробы, приготовленной по п. 2.3.1 или п. 2.3.2 (зачищенную пробу перед взвешиванием подсушивают от спирта фильтровальной бумагой), помещают в колбу вместимостью 250 см³ с обратным холодильником, в которую предварительно внесена реакционная смесь из расчета 70 см³ на 1 г пробы.

Растворение ведут при комнатной температуре, а при замедлении растворения — при нагревании на песчаной бане (температура на 10—15 °С ниже температуры кипения соответствующего эфира).

Растворение порошковых материалов вначале ведут при охлаждении, не допуская бурной реакции.

После окончания видимого растворения пробы в колбу добавляют 5 см³ реакционной смеси и продолжают растворение при слабом нагревании в течение 10—15 мин.

2.4.2. После растворения пробы раствор сразу же фильтруют через двойной плотный фильтр («синяя лента»), предварительно смоченный реакционной смесью.

По окончании фильтрования колбу из-под раствора пробы и фильтр с осадком промывают один раз 20—25 см³ реакционной смеси (допускается использование реакционной смеси из реактивов без специальной осушки), затем три раза смесью для промывания фильтров и затем эфиrom до исчезновения бурой окраски фильтров.

В случае определения включенного оксида алюминия фильтр