



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

# МАГНІЙ ТА МАГНІЄВІ СПЛАВИ

Визначення алюмінію фотометричним методом  
із застосуванням хромазуrolу S

(ISO 3255:1974, IDT)

ДСТУ ISO 3255:2013

*Видання офіційне*



БЗ № 11–2013/407

Київ  
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ  
2014

## ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет «Легкі, рідкісноземельні метали, вуглецеві та напівпровідникові матеріали» (ТК 10)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Л. Лайко** (науковий керівник)

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 29 листопада 2013 р. № 1424 з 2014-07-01

3 Національний стандарт відповідає ISO 3255:1974 Magnesium and magnesium alloys — Determination of aluminium — Chromazurol S photometric method (Магній та магнієві сплави. Визначення вмісту алюмінію. Фотометричний метод із застосуванням хромазуролу S)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

---

Право власності на цей документ належить державі.  
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю або частково  
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.  
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2014

## ЗМІСТ

	С.
Національний вступ .....	IV
1 Сфера застосування .....	1
2 Суть методу .....	1
3 Реактиви .....	1
4 Устаткування .....	2
5 Відбирання проб .....	2
6 Випробування .....	2
7 Опрацювання результатів .....	4
8 Протокол випробування .....	4

## НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є переклад ISO 3255:1974 Magnesium and magnesium alloys — Determination of aluminium — Chromazurol S photometric method (Магній та магнієві сплави. Визначення вмісту алюмінію. Фотометричний метод із застосуванням хромазуролу S).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 10 «Легкі, рідкісноземельні метали, вуглецеві та напівпровідникові матеріали».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесені такі редакційні зміни:

— структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмова», «Зміст», «Національний вступ», першу сторінку та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

— слова «Цей міжнародний стандарт» замінено на «Цей стандарт»;

— позначки одиниць фізичних величин замінено згідно із серією стандартів ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин: «мл» на «см<sup>3</sup>», «л» на «дм<sup>3</sup>».

## НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

## МАГНІЙ ТА МАГНІЄВІ СПЛАВИ

Визначення алюмінію фотометричним методом  
із застосуванням хромазуrolу S

## МАГНИЙ И МАГНИЕВЫЕ СПЛАВЫ

Определение алюминия фотометрическим методом  
с применением хромазуrolа S

## MAGNESIUM AND MAGNESIUM ALLOYS

Determination of aluminium by chromazurol S photometric method

Чинний від 2014–07–01

## 1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює фотометричний метод аналізування з використанням хромазуrolу S для визначення вмісту алюмінію в магнії та деяких магнієвих сплавах.

Метод застосовний для визначення вмісту алюмінію з масовою часткою (0,01—0,20) %.

Цей метод не застосовний для випробування сплавів, що містять цирконій та/або рідкісно-земельні елементи, й/або торій.

## 2 СУТЬ МЕТОДУ

Розчинення сірчаною кислотою.

Комплексоутворення заліза та міді додаванням аскорбінової кислоти й тіосульфату натрію. Утворення комплексу алюміній-хромазуrol S у буферному середовищі (рН (5,3—5,5)).

Фотометричне вимірювання забарвленого комплексу за довжини хвилі 545 нм.

## 3 РЕАКТИВИ

Для випробування використовують тільки дистильовану воду або воду рівнозначної чистоти.

**3.1 Кислота сірчана**,  $\rho$  1,26 г/см<sup>3</sup>, розчин приблизно 9 н.

Обережно додають 250 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти ( $\rho$  1,84 г/см<sup>3</sup>), розчин приблизно 35,6 н., до 500 см<sup>3</sup> води. Після охолодження доводять до 1000 см<sup>3</sup> та перемішують.

**3.2 Кислота аскорбінова**, розчин 10 г/дм<sup>3</sup>.

Розчиняють 1 г аскорбінової кислоти (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>) у воді. Доводять до об'єму 100 см<sup>3</sup> та перемішують. Використовують свіжоприготований розчин.

**3.3 Буферний розчин.**

Розчиняють у воді 150 г оцтовокислого натрію (CH<sub>3</sub>COONa · 3H<sub>2</sub>O) та 5 г тіосульфату натрію (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O), фільтрують за потреби, доводять до об'єму 1000 см<sup>3</sup> та перемішують.

Використовують свіжоприготований розчин.

**3.4 Хромазуrol S**, 0,1 г/дм<sup>3</sup> розчин у метиловому спирті.

Розчиняють 0,1 г хромазуrolу S у 50 % (за об'ємом) розчині води та метилового спирту.

Доводять до об'єму 1000 см<sup>3</sup> тим самим розчином метилового спирту та перемішують.

**3.5 Ацетон.****3.6 Алюміній, 0,05 г/дм<sup>3</sup> стандартний розчин.**

Розчиняють 0,8792 г подвійної солі сульфатів амонію та калію  $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$  у воді. Розчин переливають кількісно в мірну колбу місткістю 1000 см<sup>3</sup>, доводять до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> цього стандартного розчину містить 0,05 мг алюмінію.

**3.7 Алюміній, 0,0125 г/дм<sup>3</sup> стандартний розчин.**

Наливають 50,0 см<sup>3</sup> стандартного розчину алюмінію (3.6) у мірну колбу місткістю 200 см<sup>3</sup>, доводять до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> цього стандартного розчину містить 0,0125 мг алюмінію.

Розчин готують безпосередньо перед використанням.

**4 УСТАТКОВАННЯ**

Звичайне лабораторне устаткування, а також

**4.1 Спектрофотометр або**

**4.2 Фотоелектричний абсорбціометр**, обладнаний фільтрами, що гарантують максимальне поглинання від 535 нм до 555 нм.

**5 ВІДБИРАННЯ ПРОБ****5.1 Лабораторна проба<sup>1)</sup>****5.2 Випробна проба**

Металева стружка завтовшки не більше ніж 1 мм, отримана фрезеруванням або свердлінням.

**6 ВИПРОБУВАННЯ****6.1 Випробна проба**

Зважують із точністю до 0,001 г 0,5 г випробної проби (5.2).

**6.2 Контрольне дослідження**

Одночасно з випробуванням проводять контрольне дослідження, використовуючи подібний порядок проведення і таку саму кількість усіх реактивів для визначення, за винятком кількості сірчаної кислоти (3.1), яку має бути зменшено до 5 см<sup>3</sup>.

**6.3 Будування калібрувального графіка**

**6.3.1** Готування стандартних розчинів порівняння (для фотометричних вимірювань за довжини оптичного пробігу 2 см).

**6.3.1.1 Уміст алюмінію (0,01—0,05) %.**

У ряд із шести мірних колб місткістю 250 см<sup>3</sup> наливають по 5 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти (3.1) і потім відповідні об'єми стандартного розчину алюмінію (3.7), зазначені в таблиці 1.

Таблиця 1

Об'єм стандартного розчину алюмінію (3.7), см <sup>3</sup>	Відповідна маса алюмінію, мг	Уміст алюмінію в пробі, %
0*	0	—
2,0	0,0250	0,01
5,0	0,0625	0,02
10,0	0,1250	0,03
15,0	0,1875	0,04
20,0	0,2500	0,05
* Компенсувальний розчин.		

Доводять до позначки та перемішують.

<sup>1)</sup> Відбирання проб магнію та магнієвих сплавів буде розглянуто в іншому стандарті.

Поміщають 20,0 см<sup>3</sup> кожного стандартного розчину порівняння відповідно в мірні колби місткістю 100 см<sup>3</sup>. Додають 5 см<sup>3</sup> розчину аскорбінової кислоти (3.2), 20 см<sup>3</sup> буферного розчину (3.3), 20 см<sup>3</sup> розчину хромазуролу S (3.4) та 2 см<sup>3</sup> ацетону (3.5). Доводять до позначки та перемішують. рН розчинів має бути в діапазоні (5,3—5,5).

Маса алюмінію в цих стандартних розчинах порівняння відповідно становитиме: (0—0,002—0,005—0,010—0,015—0,020) мг.

#### 6.3.1.2 Уміст алюмінію (0,05—0,20) %.

У ряд із шести мірних колб місткістю 250 см<sup>3</sup> наливають по 5 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти (3.1) і потім відповідні кількості стандартного розчину алюмінію (3.6), зазначені в таблиці 2.

Таблиця 2

Об'єм стандартного розчину алюмінію (3.6), см <sup>3</sup>	Відповідна маса алюмінію, мг	Уміст алюмінію в пробі, %
0*	0	—
2,0	0,100	0,02
5,0	0,250	0,05
10,0	0,500	0,10
15,0	0,750	0,15
20,0	1,000	0,20

\* Компенсувальний розчин.

Доводять до позначки та перемішують.

Поміщають 5,0 см<sup>3</sup> кожного стандартного розчину порівняння відповідно в мірні колби місткістю 100 см<sup>3</sup>. Додають 5 см<sup>3</sup> розчину аскорбінової кислоти (3.2), 5 см<sup>3</sup> буферного розчину (3.3), 20 см<sup>3</sup> розчину хромазуролу S (3.4) та 2 см<sup>3</sup> ацетону (3.5). Доводять до позначки та перемішують. рН розчинів має бути в діапазоні (5,3—5,5).

Маса алюмінію в цих стандартних розчинах порівняння відповідно становитиме: (0—0,002—0,005—0,010—0,015—0,020) мг.

#### 6.3.2 Фотометричні вимірювання

Проводять фотометричні вимірювання через 25 хв, але не пізніше ніж через 30 хв, за допомогою спектрофотометра (4.1) на максимумі кривої поглинання (довжина хвилі 545 нм) або за допомогою фотоелектричного абсорбціометра (4.2), обладнаного відповідними фільтрами, установивши прилад на нульове поглинання відносно компенсувального розчину.

#### 6.3.3 Будівництво калібрувального графіка

Будують два графіки: для вмісту алюмінію в діапазоні (0,01—0,05) % (6.3.3.1) і для вмісту алюмінію в діапазоні (0,05—0,20) % (6.3.3.2), відповідно відкладаючи на осі абсцис у міліграмах значення вмісту алюмінію (Al) у 100 см<sup>3</sup> стандартного розчину порівняння, і на осі ординат — відповідні значення поглинальної здатності.

### 6.4 Визначення

#### 6.4.1 Готування випробного розчину

Поміщають випробну пробу (6.1) у лабораторну склянку відповідної місткості (наприклад, 250 см<sup>3</sup>), накривають годинниковим склом та додають 20 см<sup>3</sup> води. Потім невеликими порціями додають 10 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти (3.1). Після закінчення реакції нагрівають розчин до кипіння та кип'ятять (1—2) хв. Охолоджують, фільтрують за потреби й кількісно переливають розчин у мірну колбу місткістю 250 см<sup>3</sup>. Доводять до позначки та перемішують.

#### 6.4.2 Проявлення забарвлення

Аліквотну порцію, яку відбирають залежно від вмісту алюмінію, а також кількість використовуваного буферного розчину наведено в таблиці 3.

Таблиця 3

Очікуваний уміст алюмінію, %	Необхідна аліквотна порція для реакції забарвлення		Об'єм буферного розчину (3.3), см <sup>3</sup>
	Об'єм, см <sup>3</sup>	Відповідна маса алюмінію, мг	
Від 0,01 до 0,05	20	Від 0,004 до 0,020	20
» 0,05 » 0,20	5	» 0,005 » 0,020	5

До відповідної аліквотної порції, наливої в мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup> додають 5 см<sup>3</sup> розчину аскорбінової кислоти (3.2), буферний розчин (3.3) у кількості, зазначеній у таблиці 3, 20 см<sup>3</sup> розчину хромазурулу S (3.4) і 2 см<sup>3</sup> ацетону (3.5). Доводять до позначки та перемішують. рН розчину має бути в діапазоні (5,3—5,5).

#### 6.4.3 Фотометричні вимірювання

Проводять фотометричні вимірювання через 25 хв, але не пізніше ніж через 30 хв, відповідно до 6.3.2, установивши прилад на нульове поглинання відносно розчину контрольного дослідження.

### 7 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

За калібрувальним графіком 6.3.3.1 або 6.3.3.2 визначають кількість алюмінію, що відповідає значенню фотометричного вимірювання аліквотної порції випробного розчину.

Уміст алюмінію (Al) у відсотках за масою обчислюють за формулою:

$$\frac{m_1 \cdot R \cdot 100}{m_0}, \quad (1)$$

де  $m_1$  — маса алюмінію, що міститься в аліквотній порції випробного розчину, мг;  
 $R$  — співвідношення між об'ємом випробного розчину й об'ємом аліквотної порції, узяті для реакції забарвлення;  
 $m_0$  — маса випробної проби (6.1), мг.

### 8 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування має містити такі дані:

- а) посилання на використаний метод;
- б) результати методу та спосіб їхнього вираження;
- в) будь-які відхилення, що виникли в процесі випробування;
- г) будь-які дії, не передбачені цим стандартом або які вважають необов'язковими.

---

Код УКНД 77.120.20

**Ключові слова:** алюміній, визначення вмісту, магній, магнієві сплави, фотометричний аналіз, хімічний аналіз.

---

Редактор Л. Ящук  
 Технічний редактор О. Марченко  
 Коректор І. Миронова  
 Верстальник Г. Жирякова

---

Підписано до друку 01.08.2014. Формат 60 × 84 1/8.  
 Ум. друк. арк. 0,93. Зам. 1291 Ціна договірна.

---

Виконавець  
 Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр  
 проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)  
 вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,  
 виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006, серія ДК, № 1647