



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПЛАВИ МАГНІЄВІ

Визначення алюмінію
гравіметричним методом
із застосуванням 8-оксихіноліну
(ISO 791:1973, IDT)

ДСТУ ISO 791:2013

Видання офіційне

БЗ № 11–2013/381



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 791:1973 Magnesium alloys — Determination of aluminium — 8-hydroxyquinoline gravimetric method (Сплави магнієві. Визначання вмісту алюмінію. Гравіметричний метод із застосуванням 8-оксихіноліну)

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	3
8 Протокол випробування	4

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є переклад ISO 791:1973 Magnesium alloys — Determination of aluminium — 8-hydroxyquinoline gravimetric method (Сплави магнієві. Визначення вмісту алюмінію. Гравіметричний метод із застосуванням 8-оксихіноліну).

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 внесено 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 «см³», «л» на «дм³».

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПЛАВИ МАГНІЄВІ

Визначення алюмінію гравіметричним методом
із застосуванням 8-оксихіноліну

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Определение алюминия гравиметрическим методом
с применением 8-оксихинолина

MAGNESIUM ALLOYS

Determination of aluminium
by 8-hydroxyquinoline gravimetric method

Чинний від 2014-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює гравіметричний метод визначання вмісту алюмінію в магнієвих сплавах, що не містять цирконію, торію або рідкісноземельних елементів.

Цей стандарт застосовують для визначення вмісту алюмінію з масовою часткою (1,5—12,0) %.

2 СУТЬ МЕТОДУ

Дія соляною кислотою. Осадження алюмінію бензоатом амонію у відновному оцтовокислому середовищі.

Розчинення осаду й повторне осадження алюмінію як оксихінолату в буферному ацетатному середовищі або за наявності ціаніду калію.

Фільтрують, промивають, просушують та зважують осад.

3 РЕАКТИВИ

Під час випробовування використовують тільки дистильовану воду або воду рівнозначної чистоти.

3.1 Натрію сульфід ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).

3.2 Кислота соляна, ρ 1,19 г/см³, розчин приблизно 12 н.

3.3 Кислота соляна, ρ 1,05 г/см³, розчин приблизно 3 н.
25 см³ соляної кислоти (3.2) доводять водою до об'єму 100 см³.

3.4 Кислота азотна, ρ 1,33 г/см³, розчин приблизно 11 н.
75 см³ азотної кислоти (ρ 1,40 г/см³), розчин приблизно 15 н, доводять водою до об'єму 100 см³.

3.5 Аміак, ρ 0,90 г/см³, розчин приблизно 14,4 н.

3.6 Аміак, ρ 0,97 г/см³, розчин приблизно 3,6 н.

25 см³ розчину аміаку (3.5) доводять водою до об'єму 100 см³.

3.7 Комплексоутворювальний розчин.

У невеликій кількості води розчиняють 50 г хлориду гідроксиламонію ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), 50 г хлориду амонію (NH_4Cl), 50 см³ льодяної оцтової кислоти (ρ 1,05 г/см³), розчин приблизно 17,4 н, та доводять водою до об'єму 1000 см³.

3.8 Амонію бензоат, розчин 100 г/дм³.

Розчиняють 100 г бензоату амонію ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COONH}_4$) у теплій воді, додають 0,001 г тимолу та після охолодження доводять водою до об'єму 1000 см³.

3.9 Амонію бензоат, промивний розчин.

Розводять 100 см³ розчину бензоату амонію (3.8) 900 см³ води та додають 20 см³ льодяної оцтової кислоти (ρ 1,05 г/см³), розчин приблизно 17,4 н.

3.10 Кислота винна, розчин 500 г/дм³.

Розчиняють 500 г винної кислоти [$\text{HOOC}(\text{CHON})_2\text{COOH}$] у воді та доводять до об'єму 1000 см³.

3.11 Кислота оцтова, ρ 1,01 г/см³, розчин приблизно 1,7 н.

Беруть 100 см³ льодяної оцтової кислоти (ρ 1,05 г/см³), розчин приблизно 17,4 н., та доводять водою до об'єму 1000 см³.

3.12 8-оксихінолін, оцтовокислий розчин 20 г/дм³.

Розчиняють 20 г 8-оксихіноліну ($\text{HO} \cdot \text{C}_6\text{H}_3\text{N} : \text{CH} : \text{CH} : \text{CH}$) у 80 см³ льодяної оцтової кислоти, ρ 1,05 г/см³, розчин приблизно 17,4 н., та доводять водою до об'єму 1000 см³.

Зберігають у пляшці з темного скла.

3.13 Амоній оцтовокислий, розчин 600 г/дм³.

Розчиняють 600 г оцтовокислого амонію ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) у воді та доводять до об'єму 1000 см³.

3.14 Калію ціанід, розчин 200 г/дм³.

Розчиняють 20 г ціаніду калію (KCN) у воді та доводять до об'єму 100 см³.

3.15 Бромфеноловий синій, спиртовий розчин.

Розчиняють 0,20 г бромфенолового синього в 100 см³ етилового спирту 95 % (за об'ємом).

3.16 Нейтральний червоний, спиртовий розчин.

Розчиняють 0,05 г нейтрального червоного в 100 см³ етилового спирту 95 % (за об'ємом).

4 УСТАТКОВАННЯ

Звичайне лабораторне устаткування.

5 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

5.1 Лабораторна проба¹⁾

5.2 Випробна проба

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

6 ВИПРОБУВАННЯ

6.1 Випробна проба

Маса випробної проби:

— $(0,5 \pm 0,001)$ г — за вмісту алюмінію (1,5—5) %;

— $(1 \pm 0,001)$ г — за вмісту алюмінію (5—12) %.

¹⁾ Відбирання проб магнієвих сплавів буде розглянуто в іншому стандарті.

6.2 Визначення

6.2.1 Дія на випробну пробу та приготування основного розчину

Поміщають випробну пробу в хімічний стакан відповідної місткості (наприклад, 250 см³) із годинниковим склом; додають 25 см³ води, а потім невеликими порціями додають соляну кислоту (3.2) (5 см³ для випробної проби масою 0,5 г та 10 см³ для випробної проби масою 1 г) із подальшим додаванням 2 см³ азотної кислоти (3.4). Нагрівають до завершення реакції.

За появи залишку фільтрують через фільтр середньої щільності, промивають стакан і залишок (5—6) разів гарячою водою та додають змивки до фільтрату (залишок відкидають). Кип'ятять розчин (1—2) хв. Охолоджують, промивають годинникове скло та стінки стакана невеликою кількістю води й доводять до об'єму приблизно 50 см³.

Для випробної проби масою 1 г поміщають розчин у мірну колбу місткістю 250 см³, доводять водою до об'єму 250 см³, перемішують та поміщають 50 см³ цього розчину в хімічний стакан відповідної місткості (наприклад, 250 см³).

Для випробної проби масою 0,5 г виконують випробування всього розчину.

6.2.2 Перше осадження алюмінію

Додають до розчину 40 см³ води, (2 або 3) краплі спиртового розчину бромфенолового синього (3.15) та нейтралізують розчином аміаку (3.6), доки індикатор не набуде фіолетового забарвлення. Потім додають 20 см³ комплексоутворювального розчину (3.7) та 20 см³ розчину бензоату амонію (3.8). Доводять розчин до кипіння та, помішуючи, кип'ятять на повільному вогні 5 хв, потім фільтрують крізь фільтр середньої щільності. Промивають стакан й осад (8—10) разів киплячим промивним розчином бензоату амонію (3.9). (Фільтрат виливають).

6.2.3 Осадження оксихінолату алюмінію

Розчиняють осад із фільтра малими порціями киплячого розчину, приготованого змішуванням 50 см³ соляної кислоти (3.3) та 10 см³ винної кислоти (3.10). Промивають фільтр теплою водою та збирають розчин і змивки в перший стакан. Поміщають розчин у стакан відповідної місткості (наприклад, 400 см³). Додають 1 г сульфату натрію (3.1), кілька крапель спиртового розчину нейтрального червоного (3.16) й обережно розчин аміаку (3.5) до появи жовтого забарвлення індикатору.

Далі продовжують по одному з наведених нижче пунктів а) чи б):

а) Осадження в ацетатному буферному середовищі.

Розводять розчин до об'єму 200 см³ та нагрівають до температури 70 °С. Додають оцтову кислоту (3.11), доки індикатор не набуде червоного забарвлення; тоді, помішуючи, додають 40 см³ розчину 8-оксихіноліну (3.12) та 50 см³ розчину ацетату амонію (3.13). Залишають за температури 70 °С на 30 хв для випадіння осаду.

б) Осадження за наявності ціаніду калію.

Розводять розчин до об'єму 250 см³ та додають оцтову кислоту (3.11), доки індикатор не набуде червоного забарвлення. Додають 10 см³ розчину ціаніду калію (3.14) та нагрівають під витяжною шафою до температури 70 °С. Повільно помішуючи розчин, додають 40 см³ розчину 8-оксихіноліну (3.12). Залишають за температури 70 °С на 30 хв для випадіння осаду.

6.2.4 Фільтрування, промивання, сушіння та зважування оксихінолату алюмінію

Фільтрують осад через попередньо зважений тигель з обпаленого скла, поруватістю (3—15) мкм, за слабкої тяги, потім (6—8) разів промивають гарячою водою. Сушать у сушильній шафі за температури 130 °С до постійної маси. Охолоджують в ексікаторі та зважують.

7 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Уміст алюмінію у відсотках за масою обчислюють за формулою:

$$Al = \frac{m_1 \cdot 0,0587 \cdot 100 \cdot R}{m_0},$$

де m_1 — маса оксихінолату алюмінію відповідно до відібраної аліквотної частини, г;
0,0587 — коефіцієнт перерахування оксихінолату алюмінію на алюміній;
 R — співвідношення об'єму основного розчину й об'єму відібраної аліквотної частини;
 m_0 — маса випробної проби, г.

8 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування має містити такі дані:

- a) посилання на використаний метод;
- b) результати методу та спосіб їхнього вираження;
- c) будь-які відхили, що виникли в процесі випробування;
- d) будь-які дії, не передбачені цим стандартом або які вважають необов'язковими.

Код УКНД 77.120.20

Ключові слова: алюміній, визначення вмісту, гравіметричний метод, сплави магнієві, хімічний аналіз.

Редактор Л. Ящук
Технічний редактор О. Марченко
Коректор І. Недогарко
Верстальник Л. М'яківська

Підписано до друку 23.06.2014. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. 962 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