



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ  
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И  
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ**

Методы определения оксида алюминия

**ГОСТ****11739.1—90**Aluminium casting and wrought alloys  
Methods for determination of aluminium oxide

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07 91

до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения оксида алюминия (при суммарной массовой доле поверхностного 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 пироксернокислым 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  $(500 \pm 50)$  °С.

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

Магний сернистый по ГОСТ 4523, обезвоживают прокаливанием при температуре  $(500 \pm 50)$  °С.

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

Смесь реакционная к  $65 \text{ см}^3$  метилацетата (этилацетата) добавляют  $1,8\text{—}2,0$  г бромистого калия и  $7 \text{ см}^3$  брома (для растворения пробы массой 1 г)

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 или по ГОСТ 3118, перегнанная в кварцевом аппарате, плотностью  $1,19 \text{ г/см}^3$ , растворы 1·1 и 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью  $1,84 \text{ г/см}^3$ , растворы 0,125 моль/дм<sup>3</sup> и 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий пироксернистый по ГОСТ 7172

Кислота тиогликолевая

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 1 моль/дм<sup>3</sup> и 0,25 моль/дм<sup>3</sup>.

Эриохромцианин — Р по ТУ 6—09—3115, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, плотностью  $1,07 \text{ г/см}^3$ .

Аммоний уксуснокислый по ТУ 6—09—1312.

Буферный раствор с рН 6: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия помещают в стакан вместимостью  $500 \text{ см}^3$ , растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , доливают раствор водой до метки и перемешивают. Устанавливают рН раствора на рН-метре, добавляя в случае необходимости раствор гидроксида натрия 1 моль/дм<sup>3</sup> или уксусную кислоту.



Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Стандартные растворы алюминия:

Раствор А: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г алюминия.

Раствор Б (свежеприготовленный): 1 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 пластинки массой 1—1,5 г. Перед началом анализа пластинку зачищают напильником от пленки образовавшегося поверхностного оксида и хранят до взвешивания в бюксе под слоем этилового спирта (25—30 см<sup>3</sup>).

### 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 см<sup>3</sup> с обратным холодильником, в которую предварительно внесена реакционная смесь из расчета 70 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> реакционной смеси (допускается использование реакционной смеси из реактивов без специальной осушки), затем три раза смесью для промывания фильтров и затем эфиром до исчезновения бурой окраски фильтров.

В случае определения включенного оксида алюминия фильтр

дополнительно промывают пять раз раствором соляной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и 4—5 раз теплой водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают в течение 40 мин при 600—700 °С.

Осадок оксида алюминия в платиновом тигле смачивают 2 каплями серной кислоты, добавляют 0,5—1,0 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, нагревают до окончания выделения паров серной кислоты и прокаливают сухой остаток при 600—700 °С в течение 5—6 мин.

К обработанному таким образом осадку добавляют 3 капли серной кислоты, 1 г пироксернокислого калия и проводят сплавление в муфельной печи при температуре 700—800 °С в течение 2—3 мин.

Тигель с полученным плавом обмывают с внешней стороны горячей 70—80 °С водой, вытирают фильтровальной бумагой, помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 50—70 см<sup>3</sup> кипящей воды, подкисленной серной кислотой (2,5 см<sup>3</sup> серной кислоты на 100 см<sup>3</sup> воды) и кипятят до полного растворения плава.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

2.4.3. Аликвотную часть раствора согласно табл. 1 отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до 50 см<sup>3</sup> водой, добавляют 1—2 капли тиогликолевой кислоты, 2 капли раствора фенолфталеина перемешивают и нейтрализуют гидроксидом натрия, используя сначала раствор гидроксида натрия 1 моль/дм<sup>3</sup>, затем 0,25 моль/дм<sup>3</sup> до появления бледно-розовой окраски, которая должна исчезнуть после добавления одной капли раствора серной кислоты 0,125 моль/дм<sup>3</sup>. После этого в колбу вносят четыре капли раствора серной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup> до рН раствора 5,6—6,0, 15 см<sup>3</sup> раствора эриохромцианина — Р и перемешивают. Через 20 мин добавляют в колбу 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля оксида алюминия, %	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>
От 0,002 до 0,01 включ	50
Св 0,01 » 0,05 »	10
» 0,05 » 0,25 »	2
» 0,25 » 1,0 »	0,5

2.4.4. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 535 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит вода с добавлением всех реактивов по п. 2.4.3.

2.4.5. Растворы двух контрольных опытов готовят следующим образом: фильтрат после отделения осадка оксида алюминия из раствора исследуемой пробы тут же снова фильтруют через двойной фильтр («синяя лента»), предварительно смоченный реакционной смесью, и далее поступают по пп. 2.4.2, 2.4.3, 2.4.4.

Среднее значение оптических плотностей растворов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массовую долю алюминия рассчитывают по градуировочному графику.

#### 2.4.6. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают по 40—50 см<sup>3</sup> воды, затем в пять колб добавляют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025 г алюминия.

К полученным растворам прибавляют все необходимые реактивы согласно п. 2.4.3 и измеряют оптическую плотность согласно п. 2.4.4.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам алюминия строят градуировочный график.

#### 2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю оксида алюминия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100 \cdot 1,89, \quad (1)$$

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

$m_1$  — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г;

1,89 — коэффициент пересчета на оксид алюминия.

2.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,020 »	0,004	0,005
» 0,020 » 0,050 »	0,008	0,01
» 0,05 » 0,10 »	0,02	0,03
» 0,10 » 0,25 »	0,03	0,04
» 0,25 » 0,50 »	0,04	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,06	0,03



### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси растворов двухлористой меди и хлористого аммония, отделении нерастворившегося оксида алюминия, сплавлении оксида алюминия с пироксеном калием, растворении плава, образовании фиолетово-красного комплекса алюминия с эриохромцианином — Р и измерении оптической плотности при длине волны 535 нм.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Медь двухлористая 2-водная по ГОСТ 4167.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор: 300 г хлористого аммония растворяют в 800 см<sup>3</sup> воды при подогревании.

Реакционная смесь: 1500 г двухлористой меди растворяют в 2200 см<sup>3</sup> воды при подогревании; 300 г хлористого аммония растворяют при подогревании в 800 см<sup>3</sup> воды; растворы сливают вместе, и, если необходимо, смесь растворов фильтруют.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 или по ГОСТ 3118, перегнанная в кварцевом аппарате, плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, растворы 0,5 моль/дм<sup>3</sup> и 0,25 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий пироксенокислый по ГОСТ 7172.

Кислота тисгликолевая.

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 1 моль/дм<sup>3</sup> и 0,25 моль/дм<sup>3</sup>.

Эриохромцианин — Р по ТУ 6—09—3115, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний уксуснокислый по ТУ 6—09—1312.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, плотностью 1,07 г/см<sup>3</sup>.

Буферный раствор с рН 6: 46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Устанавливают рН раствора на рН-метре, добавляя в случае необходимости раствор гидроксида натрия 1 моль/дм<sup>3</sup> или уксусную кислоту.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А содержит 0,001 г алюминия.

Раствор Б (свежеприготовленный). 1 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Пробу, подготовленную по п. 2.3.2, извлекают из этилового спирта, быстро подсушивают фильтровальной бумагой, взвешивают, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, в которую предварительно внесено 50—70 см<sup>3</sup> реакционной смеси, и нагревают на плите (70—90 °С).

В случае неполного растворения пробы добавляют дополнительно 20 см<sup>3</sup> реакционной смеси и затем 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония.

3.3.2. По растворении пробы раствор фильтруют через двойной плотный фильтр («синяя лента»), предварительно смоченный горячей водой и горячим раствором хлористого аммония.

Фильтр с осадком оксида алюминия промывают сначала горячим раствором хлористого аммония до исчезновения на фильтре зеленой окраски, затем 5—6 раз раствором соляной кислоты 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и 5—6 раз — теплой водой, обращая особое внимание на края фильтра.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокалывают при температуре 600—700 °С в течение 40 мин.

Остаток в платиновом тигле смачивают двумя каплями серной кислоты, добавляют 0,5—1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и нагревают до окончания выделения паров серной кислоты, после чего тигель прокалывают при 600—700 °С в течение 5—7 мин.

К обработанному таким образом осадку добавляют три капли концентрированной серной кислоты, 1 г пироксернокислого калия и проводят сплавление в муфеле при температуре 700—800 °С в течение 2—3 мин.

Тигель с полученным плавом обмывают с внешней стороны горячей водой, вытирают фильтровальной бумагой, помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 60—70 см<sup>3</sup> кипящей воды, подкисленной серной кислотой (2,5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты на 100 см<sup>3</sup> воды), и кипятят до полного растворения плава.



Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

3 3 3 Аликвотную часть раствора согласно табл 1 отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и далее проводят операции по п 2 4 3

3 3 4 Измерение оптической плотности раствора проводят по п. 2 4 4

3 3 5 Растворы двух контрольных опытов готовят следующим образом горячий фильтрат после отделения осадка оксида алюминия фильтруют через двойной фильтр («синяя лента»), предварительно смоченный горячей водой и горячим раствором хлористого аммония

Промывание фильтра, сплавление осадка и подготовку раствора проводят по п 3 3 2

Среднее значение оптических плотностей растворов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы

Массовую долю алюминия рассчитывают по градуировочному графику

3 3 6 Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают 40—50 см<sup>3</sup> воды, затем в пять колб добавляют 0,5 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия Б, что соответствует 0,000005, 0,00001, 0,000015; 0,00002, 0,000025 г алюминия

К полученным растворам прибавляют все необходимые реактивы согласно п 2 4 3 и измеряют оптическую плотность согласно п 2 4 4

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминия

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам алюминия строят градуировочный график

#### 3 4 Обработка результатов

3 4 1 Массовую долю оксида алюминия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100 \cdot 1,89, \quad (2)$$

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

$m_1$  — масса навески пробы в аликвотной части, г,

1,89 — коэффициент пересчета на окись алюминия.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля оксида алюминия %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов парал- лельных определений	результатов анализа
От 0,002 до 0,005 включ.	0,002	0,003
Св. 0,005 до 0,010 »	0,003	0,004
» 0,010 » 0,020 »	0,005	0,006
» 0,020 » 0,050 »	0,006	0,008

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР**

### РАЗРАБОТЧИКИ

**В. Г. Давыдов**, д-р техн наук, **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук;  
**Г. И. Фридман**, канд техн наук, **В. И. Клитина**, канд. хим. наук

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1961

**3. Периодичность проверки — 5 лет**

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 11739.1—78**

**5 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2 2, 3 2	ГОСТ 10484—78	2 2, 3 2
ГОСТ 199—78	2 2, 3 2	ГОСТ 11069—74	2 2, 3 2
ГОСТ 3773—72	3 2	ГОСТ 14261—77	2 2, 3 2
ГОСТ 4109—79	2 2	ГОСТ 18300—87	2 2, 3 2
ГОСТ 4160—74	2 2	ГОСТ 25086—87	1 1
ГОСТ 4167—74	3 2	ТУ 6—09—667—74	2 2
ГОСТ 4204—77	2 2, 3 2	ТУ 6—09—3115—73	2 2, 3 2
ГОСТ 4328—77	2 2, 3 2	ТУ 6—09—3851—75	2 2
ГОСТ 4523—77	2 2	ТУ 6—09—5077—87	2 2
ГОСТ 7172—76	2 2, 3 2	ТУ 6—09—1312—81	2 2, 3 2