УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения галлия

ГОСТ 11739.26—90

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of gallium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле галлия от 0,001 до 0,1%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле галлия от 0,05 до 1,0%) методы определения галлия.

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 ГАЛЛИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, экстракции галлия бутилацетатом из солянокислого раствора, его реэкстракции водой, образовании розового комплекса галлия с родамином С, экстракции комплекса смесью бензола с бутилацетатом и измерении оптической плотности экстракта при длине волны 564 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Титан треххлористый по ТУ 6—09—01—756.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

48—95
30

gost.e-ecolog.ru

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Родамин С, раствор водный 5 г/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Бутиловый эфир уксусной кислоты по ТУ 6 - 09 781 (бутилацетат) с обязательной перегонкой и использованием фракции с температурой кипения (125 ± 1)°С.

Бензол по ГОСТ 5955.

Смесь бутилацетата и бензола 1 : 4 по объему.

Галлий металлический по ГОСТ 12797.

Стандартные растворы галлия.

Раствор А: 0,25 г галлия растворяют при нагревании в 30 см³ раствора соляной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки тем же раствором соляной кислоты.

1 см³ раствора А содержит 0,00025 г галлия

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0000025 г галлия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20—30 см³ раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании. Если проба содержит медь, то добавляют по каплям азотную кислоту до полного растворения пробы. Раствор выпаривают до влажных солей. В случае добавления азотной кислоты в колбу приливают 10 см³ раствора соляной кислоты и снова выпаривают раствор досуха. Эту операцию повторяют дважды. Растворяют соли в 10 см³ раствора соляной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³; колбу, в которой проводили растворение, обмывают 5—10 см³ того же раствора соляной кислоты и сливают его в ту же мерную колбу. Добавляют к раствору пробы 1—1,5 см³ трехххлористого титана до устойчивой фиолетовой окраски и доливают раствором соляной кислоты до метки. Раствор из колбы переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, колбу ополаскивают из пипетки 10 см³ того же раствора соляной кислоты и сливают его в делительную воронку.

2.3.2. К раствору в делительной воронке добавляют пипеткой или из бюретки 35 см³ бутилацетата и встряхивают раствор в течение 1 мин. Отделяют водную фазу и дважды промывают органическую фазу (экстракт) 5 см³ раствора соляной кислоты, встряхивая экстракт с раствором кислоты в течение 1 мин.

2.3.3. К экстракту добавляют 15 см³ воды и встряхивают в течение 1 мин. Водную фазу (реэкстракт) сливают в фарфоровую чашку вместимостью 50 см³ и повторяют реэкстракцию. Вторую

водную фазу сливают в ту же фарфоровую чашку, добавляют 0,1 г сухого хлористого натрия и выпаривают реэкстракты на водяной бане досуха. Содержимое чашки растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³. Доливают раствор тем же раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

2.3.4. В пробирку с пробкой вместимостью 25—30 см³ отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1, при необходимости доливают пипеткой до 5 см³ раствора соляной кислоты, приливают 0,2 см³ треххлористого титана, 10 см³ смеси бутилацетата и бензола и 0,5 см³ раствора родамина С. Встряхивают содержимое пробирки в течение 2 мин. Отделяют органическую фазу (экстракт) в делительной воронке и фильтруют ее через маленький бумажный фильтр «белая лента» в кювету для измерения оптической плотности.

Таблица 1

Массовая доля галлия, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,001 до 0,01 включ.	5,0	0,05
Св. 0,01 » 0,05 »	1,0	0,01
» 0,05 » 0,1 »	0,5	0,005

2.3.5. Оптическую плотность экстракта пробы измеряют сразу после экстракции при длине волны 564 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит смесь бутилацетата и бензола.

2.3.6. Раствор контрольного опыта готовят по п. 2.3.1 со всеми используемыми в анализе реактивами. Среднюю оптическую плотность растворов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы. Массовую долю галлия рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.7. *Построение градуировочного графика*

В девять конических колб вместимостью по 100 см³ помещают навески алюминия массой 0,25 г, растворяют по п. 2.3.1 и в семь колб отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0000025; 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003 г галлия. Затем растворы выпаривают, растворяют соли в растворе соляной кислоты, экстрагируют галлий бутилацетатом по п. 2.3.2, реэкстрагируют галлий водой по п. 2.3.3, экстрагируют комплекс галлия с родамином С по п. 2.3.4 и измеряют оптическую плотность экстракта согласно п. 2.3.5.

В качестве контрольных растворов используют растворы, не содержащие галлия.

По полученным значениям оптической плотности экстрактов и соответствующим им массам галлия строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — масса галлия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески в аликвотной части раствора пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля галлия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0005	0,0006
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0010	0,0015
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,005	0,006
» 0,050 » 0,080 »	0,008	0,010
» 0,080 » 0,100 »	0,010	0,015

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции галлия при длине волны 287,4 нм в пламени ацетилен-закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для галлия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3, растворы 1 : 1, 1 : 99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Водорода пероксид по ГОСТ 10929.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм³.
Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм³.
Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм³: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды, а затем небольшими порциями 300 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Галлий металлический по ГОСТ 12797.

Стандартные растворы галлия

Раствор А: 1 г металлического галлия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г галлия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г галлия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды и затем небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Колбу накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения навески. Добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3 мин.

Часовое стекло и стенки колбы ополаскивают водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), 10 см³ хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. При массовой доле кремния менее 1% раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.3. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 3.3.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты (1:99) порциями по 10 см³ (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3 мин. После охлаждения к содержимому тигля добавляют четыре капли серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор упаривают досуха и после охлаждения остаток смачивают 2—3 см³ воды и растворяют в 2—3 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1 при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 3.3.1, 3.3.2, 3.3.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3.3.5. *Построение градуировочных графиков*

3.3.5.1. При массовой доле галлия от 0,05 до 0,1% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00025; 0,0003; 0,00035; 0,0004; 0,00045; 0,0005 г галлия.

3.3.5.2. При массовой доле галлия от 0,1 до 1,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 г галлия.

3.3.5.3. В растворы колб (по пп. 3.3.5.1, 3.3.5.2) добавляют по 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), по 10 см³ раствора хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.6. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют атомную абсорбцию галлия при длине волны 287,4 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям галлия строят градуировочный график.

Массовую концентрацию галлия в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

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

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

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

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

Таблица 3

Массовая доля таллия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,050 до 0,100 включ.	0,010	0,015
Св. 0,10 » 0,25 »	0,02	0,03
» 0,25 » 0,50 »	0,04	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,06	0,08

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; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук; **Л. Н. Виксне**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1963

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 10929—76	3.2
ГОСТ 3773—72	3.2	ГОСТ 11069—74	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	3.2	ГОСТ 12797—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4233—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 5457—75	3.2	ТУ 6—09—781—71	2.2
ГОСТ 5955—75	2.2	ТУ 6—09—01—756—88	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2		
ГОСТ 10484—78	3.2		

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 11739.1—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения оксида алюминия	3
ГОСТ 11739.2—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения бора	13
ГОСТ 11739.4—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения висмута	21
ГОСТ 11739.5—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения ванадия	29
ГОСТ 11739.8—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения калия	37
ГОСТ 11739.9—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения кадмия	42
ГОСТ 11739.10—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения лития	49
ГОСТ 11739.16—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения никеля	54
ГОСТ 11739.17—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения олова	65
ГОСТ 11739.18—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения свинца	73
ГОСТ 11739.19—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения сурьмы	78
ГОСТ 11739.21—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые Методы определения хрома	85
ГОСТ 11739.22—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения редкоземельных элементов и иттрия	98
ГОСТ 11739.25—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения скандия	105
ГОСТ 11739.26—90	Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения галлия	112

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *Т. А. Васильева*

gost.e-ecolog.ru

Подп. в печ. 17.10.90 7,5 усл. п. л. 7,63 усл. кр.-отт. 7,01 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 1 р. 40 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1352