УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения сурьмы

ГОСТ 11739.19—90

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of antimony

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле сурьмы от 0,0002 до 0,01%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле сурьмы от 0,01 до 0,3%) методы определения сурьмы в сплавах с массовой долей кремния не более 1%.

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 СУРЬМЫ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной, азотной и серной кислот, образовании комплекса сурьмы в виде хлорантимоната с бриллиантовым зеленым, экстракции комплекса толуолом и измерении оптической плотности окрашенного в голубовато-зеленый цвет экстракта при длине волны 670 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.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

48г-95
26

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³ и растворы 1 : 4, 1 : 10.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении (3 : 1). Смесь, разбавленную (1 : 1), готовят непосредственно перед использованием.

Олово двухлористое, раствор 250 г/дм³: 25 г двухлористого олова растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до 100 см³ и перемешивают.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 100 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды и охлаждают.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Бриллиантовый зеленый по ТУ 6—09—3057, раствор 5 г/дм³: 0,5 г бриллиантового зеленого растворяют в 25 см³ этилового спирта, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают

Толуол по ГОСТ 5789.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А: 0,1 г металлической сурьмы растворяют в 30 см³ серной кислоты при нагревании, охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 400 см³ раствора серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором серной кислоты (1 : 10) до метки и перемешивают; готовят непосредственно перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

Раствор В: 20 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором серной кислоты (1 : 10) до метки и перемешивают; готовят непосредственно перед применением.

1 см³ раствора В содержит 0,000002 г сурьмы.

2.3 Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 30 см³ смеси соляной и азотной кислот и 10 см³ серной кислоты. Стакан накрывают стеклом и растворяют пробу при умеренном нагревании. Не снимая стекла, раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают до комнатной температуры.

2.3.2. При массовой доле сурьмы от 0,0002 до 0,002% к содержимому стакана добавляют 15 см³ раствора соляной кислоты, обмывая стекло и стенки стакана; нагревают до растворения солей, охлаждают до комнатной температуры и приливают 1—2 см³ раствора двухлористого олова до восстановления железа (обесцвечивания раствора). Затем добавляют в стакан 4—7 см³ раствора азотистокислого натрия до установления неизменяющейся желтой окраски раствора и, периодически помешивая раствор, дают ему стоять в течение 3 мин. К раствору приливают 1 см³ насыщенного раствора мочевины, перемешивают и переливают его в делительную воронку вместимостью 250 см³. Добавляют в воронку 50—60 см³ воды, 0,5 см³ раствора бриллиантового зеленого, 10 см³ толуола и энергично встряхивают воронку в течение 1 мин. Дают фазам отстояться 0,5 мин, водную фазу сливают, а органическую (экстракт) фильтруют через вату в сухую колбу вместимостью 25 см³ с пробкой или в кювету.

2.3.3. При массовой доле сурьмы от 0,002 до 0,01 % к содержимому стакана добавляют 15 см³ раствора соляной кислоты, обмывая стекло и стенки стакана; осторожно нагревают до растворения солей и охлаждают до комнатной температуры. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют раствор соляной кислоты до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см³ полученного раствора, помещают в стакан вместимостью 250- 300 см³, добавляют 4 см³ серной кислоты, 1—2 см³ раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора, 4 см³ раствора азотистокислого натрия и продолжают по п. 2.3.2.

2.3.4. Оптическую плотность экстракта измеряют сразу после экстракции при длине волны 670 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит толуол.

2.3.5. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 2.3.1, 2.3.2, 2.3.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия. Оптическую плотность экстракта контрольного опыта вычитают из оптической плотности экстракта пробы. Массовую долю сурьмы рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.6. *Построение градуировочного графика*

В семь стаканов вместимостью по 250—300 см³ помещают навески алюминия массой 0,5 г, приливают по 30 см³ смеси соляной и азотной кислот и 10 см³ серной кислоты и в шесть стаканов отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,00001; 0,000014 г сурьмы. Стаканы накрывают часовыми стеклами и растворяют навески при умеренном нагревании. Растворы выпаривают до первого появления паров серной кислоты и охлаждают до комнатной температуры. Затем приливают по 15 см³ раствора со-

ляной кислоты, нагревают до растворения солей, охлаждают до комнатной температуры и далее в соответствии с п. 2.3.2. Раствор, не содержащий сурьмы, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

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

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — масса сурьмы в аликвотной части раствора или во всей пробе, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора или во всей пробе, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0002
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0025 »	0,0004	0,0005
» 0,0025 » 0,0050 »	0,0008	0,0010
» 0,005 » 0,010 »	0,001	0,002

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной, азотной и серной кислот и последующем измерении атомной абсорбции сурьмы при длине волны 217,6 нм в окислительном пламени ацетилен-воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для сурьмы.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35–1,40 г/см³, раствор 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³ и раствор 1 : 4.

Смесь кислот, состоящая из растворов соляной (1 : 1), азотной и серной кислот в равных объемах.

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 и 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.

Сурьма по ГОСТ 1089 (массовая доля сурьмы должна быть не менее 99,9%).

Стандартный раствор сурьмы: 0,1 г металлической сурьмы растворяют в 20 см³ серной кислоты при умеренном нагревании.

Раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 400 см³ раствора серной кислоты. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,0001 г сурьмы

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ воды и затем небольшими порциями 25 см³ смеси кислот. Колбу накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения навески.

Часовое стекло и стенки колбы ополаскивают водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором соляной кислоты (1 : 19) до метки и перемешивают.

3.3.2. Раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

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

3.3.4. *Построение градуировочных графиков*

3.3.4.1. При массовой доле сурьмы от 0,01 до 0,1% 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 сурьмы, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г сурьмы.

3.3.4.2. При массовой доле сурьмы свыше 0,10 до 0,30% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0;

15,0 см³ стандартного раствора сурьмы, что соответствует 0,0005; 0,0007; 0,0009; 0,0011; 0,0013; 0,0015 г сурьмы.

3.3.4.3. В растворы в колбах по пп. 3.3.4.1 и 3.3.4.2 добавляют по 10 см³ смеси кислот, доливают раствором соляной кислоты (1 : 19) до метки и перемешивают.

3.3.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию сурьмы при длине волны 217,6 нм.

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

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

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю сурьмы (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 сурьмы в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация сурьмы 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. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,005	0,008
Св. 0,025 » 0,050 »	0,010	0,015
» 0,050 » 0,100 »	0,015	0,020
» 0,100 » 0,200 »	0,020	0,025
» 0,200 » 0,300 »	0,025	0,030

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 № 1962

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 11739.19—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1089—82	2.2; 3.2	ГОСТ 5789 -78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2	ГОСТ 6691—77	2.2
ГОСТ 4038—79	3.2	ГОСТ 11069—74	2.2; 3.2
ГОСТ 4197—74	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2	ТУ 6—09—3057—73	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2		

gost.e-ecolog.ru