УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения олова

ГОСТ 11739.17—90

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of tin

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91 до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле олова от 0,005 до 0,1%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле олова от 0,01 до 1,0%) методы определения олова.

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 ОЛОВА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе гидроокиси натрия, образовании после нейтрализации раствора серной кислотой в водно-спиртовой среде оранжевого комплекса олова с фенилфлуороном, стабилизации его желатином и измерении оптической плотности раствора при длине волны 540 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3 и растворы 1:1, 1:4.

48г-95
24



gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный по ГОСТ 3760, плотностью 0,91 г/см³ и раствор 1:1.

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 50 г/дм³.

Кислота аминоуксусная по ГОСТ 5860.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм³ свежеприготовленный.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм³ свежеприготовленный: 0,5 г желатина добавляют к 100 см³ воды, нагретой до температуры (70±5) °С, и растворяют при постоянном перемешивании.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенилфлуорон по ТУ 6—09—05—289 (используют препарат только розового цвета), спиртовой раствор 0,3 г/дм³: 0,03 г фенилфлуорона помещают в стакан вместимостью 50 см³, прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты (1:1), тщательно растирают стеклянной палочкой до однородной массы. После этого приливают 20—25 см³ этилового спирта, хорошо перемешивают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, обмывают стакан спиртом, сливают в колбу, доливают раствор в колбе этиловым спиртом до метки и перемешивают.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³, раствор 0,1 моль/дм³.

Буферный раствор с pH 1,6: 7,507 г аминоуксусной кислоты и 5,85 г хлористого натрия помещают в стакан вместимостью 200 см³ и растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Затем к 38 см³ этого раствора добавляют 62 см³ раствора соляной кислоты и перемешивают. Полученный буферный раствор контролируют на pH-метре.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Олово по ГОСТ 860 марки 01.

Стандартный раствор олова: 0,1 г олова помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, выпаривают раствор до появления белых паров, охлаждают, приливают 20 см³ раствора серной кислоты (1:4) и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки этим же раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г олова.

2.3 Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 12,5 см³ гидроксида натрия и растворяют сначала при комнатной температуре, а затем при слабом нагревании. По окончании растворения раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр

средней плотности («белая лента»), отбрасывая первые порции фильтрата.

2.3.2 Отбирают 20 см³ отфильтрованного раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют раствором серной кислоты (1:1) по фенолфталеину, прибавляют 2 см³ раствора винной кислоты, нейтрализуют ее избыток раствором аммиака (1:1) (раствор розовеет от 1—2 капель), прибавляют 0,7 см³ раствора серной кислоты (1:1), 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 2 см³ раствора желатина. После добавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают.

Непосредственно перед измерением оптической плотности в колбу добавляют 2 см³ раствора фенилфлуорона и 5 см³ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора пробы измеряют через 5 мин при длине волны 540 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

2.3.4. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 2.3.1, 2.3.2, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

Массовую долю олова рассчитывают по градуировочному графику

2.3.5. *Построение градуировочного графика*

В восемь конических колб вместимостью по 100 см³ помещают навески алюминия массой 0,5 г и после растворения навесок в 12,5 см³ раствора гидроксида натрия в семь из них последовательно отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г олова. Затем переводят растворы в мерные колбы вместимостью по 250 см³, доливают водой до метки, перемешивают и продолжают по пп. 2.3.2, 2.3.3. Раствор, не содержащий олова, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

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

2.4. Обработка результатов

2.4.1 Массовую долю олова (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески пробы, г.

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

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции олова при длине волны 286,3 нм в пламени ацетилен-закись азота. Метод применяют для сплавов с массовой долей кремния не более 1%.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для олова.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

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

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 40 г/дм^3: 20 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см^3, добавляют 50 см^3 воды и небольшими порциями 300 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см^3 раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Олово по ГОСТ 860 марки 01.

Стандартные растворы олова

Раствор А: 1 г олова помещают в высокий стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 200 см^3 соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании в присутствии платины при температуре не более 80 °С, не доводя раствор до кипения.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают раствором соляной кислоты 1:19 до метки, перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г олова.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1), доливают раствором соляной кислоты (1:19) до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г олова.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды и затем небольшими порциями 30 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Колбу накрывают часовым стеклом и растворяют при слабом нагревании 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 в соответствии с табл. 2, доливают раствором соляной кислоты (1:19) до метки и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Вместимость мерной колбы, см³
От 0,01 до 0,1 включ.	50
Св. 0,1 » 0,5 »	100
» 0,5 » 1,0 »	200

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

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

3.3.3. *Построение градуировочных графиков*

3.3.3.1. При массовой доле олова от 0,01 до 0,1% в шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ приливают 25 см³ раствора алюминия, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,00075; 0,001 г олова.

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

3.3.3.3. При массовой доле олова свыше 0,5 до 1,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 12,5 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 2,5; 3,0; 3,5; 4,0;

4,5; 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0025; 0,003; 0,0035; 0,004; 0,0045; 0,005 г олова.

3.3.3.4. Растворы в колбах по пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2 и 3.3.3.3 доливают раствором соляной кислоты (1:19) до отметки и перемешивают.

3.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют атомную абсорбцию олова при длине волны 286,3 нм.

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

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

3.4. Обработка результатов

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

C_2 — массовая концентрация олова 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 олова, %	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 » 0,250 »	0,025	0,030
» 0,25 » 0,50 »	0,05	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,10	0,15

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 11739.17—78

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 860—75	2.2, 3.2	ГОСТ 10929—76	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 5860—75	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 11069—74	2.2, 3.2
ГОСТ 4038—79	3.2	ГОСТ 11293—78	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4328—77	2.2	ТУ 6—09—05—289——75	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2		
ГОСТ 5817—77	2.2		

gost.e-ecolog.ru