УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Метод определения лития

ГОСТ 11739.10—90

Aluminium casting and wrought alloys. Method for determination of lithium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения лития при массовой доле от 0,05 до 3,0%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и последующем измерении интенсивности излучения лития при длине волны 670,8 нм в пламени ацетилен-воздух.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный или спектрофотометр атомно-абсорбционный, работающий в режиме эмиссии.

Печь муфельная.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Ацетилен по ГОСТ 5457, очищенный серной кислотой.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³.

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

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

48г-95
22

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³, растворы 1:1 и 1:99.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Литий углекислый по ТУ 6—09—3728.

Стандартный раствор лития: 5,32 г углекислого лития, предварительно высушенного при температуре 100—105 °С до постоянной массы, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при нагревании. После растворения охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г лития.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 50 г/дм³: 25 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 600 см³, добавляют 50 см³ воды, затем небольшими порциями 400 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды, затем небольшими порциями 20 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и умеренно нагревают до окончания растворения. Добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят в течение 3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 4.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают 3—4 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.

4.3. В зависимости от массовой доли лития согласно табл. 1 отбирают аликвотную часть раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля лития, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,05 до 0,5 включ.	50	0,50
Св. 0,5 » 3,0 »	10	0,05

4.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 4.1, 4.2, 4.3.

4.5. Построение градуировочных графиков

4.5.1. При массовой доле лития от 0,05 до 0,5% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 10 см³ раствора алюминия. В шесть из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора лития, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г лития.

4.5.2. При массовой доле лития свыше 0,5 до 3,0% в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 1 см³ раствора алюминия, в пять из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см³ стандартного раствора лития, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003 г лития.

4.5.3. Растворы в колбах по пп. 4.5.1 и 4.5.2 доливают до метки водой и перемешивают.

Растворы не содержащие лития, служат растворами контрольного опыта при построении градуировочных графиков.

4.6. Растворы, пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют интенсивность излучения лития при длине волны 670,8 нм.

По полученным значениям интенсивности излучения и соответствующим им массовым концентрациям лития строят градуировочный график.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю лития (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация лития в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_1 — массовая концентрация лития в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля лития, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,050 до 0,100 включ.	0,004	0,005
Св. 0,10 » 0,25 »	0,01	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,03	0,04
» 1,00 » 3,00 »	0,05	0,06

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; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **В. А. Осипова**, 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 11739.10—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	3	ГОСТ 10484—78	3
ГОСТ 4038—79	3	ГОСТ 10929—76	3
ГОСТ 4204—77	3	ГОСТ 11069—74	3
ГОСТ 4461—77	3	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 5457—75	3	ТУ 6—09—3728—74	3

gost.e-ecolog.ru