УДК 669.715:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Метод определения натрия

Aluminium casting and deformable alloys.
Method for determination of sodium

ГОСТ 11739.15—82

(СТ СЭВ 1555—79)

Взамен ГОСТ 11739.15—78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 июля 1982 г. № 2604 срок введения установлен

с 01.07.83

Постановлением Госстандарта СССР от 03.12.87 № 4265 срок действия продлен до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения натрия (при массовой доле натрия от 0,0002 до 0,05 %).

Метод основан на измерении интенсивности резонансного дублета натрия 589,0—589,6 нм, возбуждающегося в ацетиленово-воздушном пламени. Для устранения эффекта частичного гашения излучения натрия в присутствии основы сплава, а также кислот, применяющихся для разложения сплава, последние в соответствующих количествах входят в растворы градуировочных образцов.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1555—79.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пламенный спектрофотометр.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5474—66.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, разбавленная 1:1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Переиздание. Ноябрь 1989 г.

gost.e-ecolog.ru

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:3.

Вода бидистиллированная: готовят перегонкой дистиллированной воды по ГОСТ 6709—72 в кварцевом аппарате и хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

Хлористый алюминий, раствор.

50 г алюминия по ГОСТ 11069—74 растворяют в 800 $см^3$ соляной кислоты. После окончания растворения жидкость переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 50 мг алюминия.

Стандартный раствор натрия: содержимое ампулы 0,1 н. фиксанала хлористого натрия переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ отбирают 4,35 $см^3$ раствора, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,01 мг натрия.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в кварцевую колбу вместимостью 200 $см^3$, снабженную обратным холодильником, растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты, смесь нагревают для лучшей растворимости. Добавляют 1 $см^3$ перекиси водорода и кипятят 5 мин. После завершения растворения холодильник и стенки колбы обмывают 20 $см^3$ бидистиллированной воды. При массовой доле кремния в анализируемом образце, превышающем 1 %, анализ проводят следующим образом: по окончании растворения в стакан вводят бумажную массу, предварительно тщательно промытую бидистиллированной водой. Затем фильтруют через беззольный фильтр в колбу вместимостью 100 $см^3$. Фильтр с осадком промывают 10 $см^3$ бидистиллированной воды, далее в платиновом тигле высушивают при 120 °С. Фильтр озоляют, не допуская его вспыхивания во избежание потерь (максимальная температура 550 °С). После охлаждения к содержимому тигля прибавляют 5 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты, 2 $см^3$ серной кислоты и затем по каплям азотной кислоты пока раствор не станет прозрачным. Раствор выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты и еще нагревают 10 мин при 700 °С. После охлаждения содержимое тигля смачивают 3 $см^3$ горячей бидистиллированной воды и добавляют 2 $см^3$ соляной кислоты. Раствор слегка нагревают, в случае необходимости фильтруют и присоединяют к основному раствору. Полученный раствор разбавляют бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

Полученные растворы распыляют в ацетиленово-воздушное пламя и измеряют интенсивность резонансного дублета натрия 589,0—589,6 нм с применением атомно-абсорбционного спектрофотометра Перкин—Эльмер 300, работающего в эмиссионном режиме и снабженного электронным потенциометром КСП-4.

Условия измерения: ширина щели 0,002 мм, расход газов: воздуха 16 $дм^3$/мин, ацетилена 5,5 $дм^3$/мин, регистрируемый участок спектра 580—600 нм, высота фотометрируемого участка пламени 1 см. Однощелевая горелка длиной 100 мм располагается перпендикулярно лучу света.

При использовании пламенных спектрофотометров другого типа допускается изменение степени разбавления растворов анализируемых и градуировочных образцов, а также условий измерения интенсивности резонансного дублета натрия. Одновременно ведут контрольный опыт.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 200 $см^3$ приливают по 24 $см^3$ соляной кислоты, по 20 $см^3$ раствора хлористого алюминия, а также 0,2; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 50,0 $см^3$ стандартного раствора натрия, что соответствует массовой доле натрия в градуировочных образцах, равной 0,0002; 0,001; 0,002; 0,005; 0,01; 0,02 и 0,05 %. В одну из колб натрий не вводят и содержащийся в ней раствор используют в качестве контрольного опыта для построения градуировочного графика.

Растворы разбавляют бидистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают, распыляют в ацетиленово-воздушное пламя и регистрируют интенсивность резонансного дублета натрия в описанных выше условиях.

По результатам измерения интенсивности резонансного дублета натрия строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Результаты анализа находят непосредственно из градуировочного графика.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля натрия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,0005	0,00004
Св. 0,0005 » 0,001	0,0001
» 0,001 » 0,003	0,0002
» 0,003 » 0,009	0,0015
» 0,009 » 0,025	0,008
» 0,025 » 0,05	0,005

gost.e-ecolog.ru