ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72631— 2026

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ

Фотометрический метод определения массовой доли сурьмы

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 апреля 2026 г. № 409-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие требования 2
5 Сущность метода 2
6 Требования к условиям проведения анализа 2
7 Требования к квалификации персонала 2
8 Средства измерений, аппаратура, материалы, реактивы и растворы, вспомогательное оборудование 3
9 Подготовка к проведению анализа 3
10 Проведение анализа 4
11 Обработка результатов анализа 5
12 Оформление результатов анализа 6
13 Контроль точности результатов анализа 6
14 Требования безопасности выполняемых работ и экологической безопасности 6
Приложение А (обязательное) Значения погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости 7
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ

Фотометрический метод определения массовой доли сурьмы

Aluminium alloys.
Photometric method for determining the mass fraction of antimony

Дата введения — 2027—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовой доли сурьмы в диапазоне от 0,010 % до 0,300 % в алюминиевых сплавах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1089 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4197 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6691 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 24231 Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа

ГОСТ 25086 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Издание официальное

ГОСТ 28053 Стружка цветных металлов и сплавов. Методы отбора, подготовки проб и методы испытаний

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59123 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Общие требования и классификация

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 8.315, ГОСТ 25086, [1]—[3].

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа — в соответствии с ГОСТ 25086.

4.2 Отбор и подготовку проб к анализу проводят по ГОСТ 24231, ГОСТ 28053 и нормативным документам на конкретную продукцию.

5 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси азотной, соляной, серной и фтористоводородной кислот, удалении фторида кремния выпариванием раствора, экстракции пятивалентной сурьмы толуолом в виде гексахлорстибата кристаллического фиолетового и измерении оптической плотности экстракта при длине волны 590—610 нм (без отделения сопутствующих химических элементов).

6 Требования к условиям проведения анализа

6.1 Температура окружающего воздуха — от 18 °С до 25 °С.

6.2 Относительная влажность — от 30 % до 80 %.

6.3 Атмосферное давление — от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.).

7 Требования к квалификации персонала

К выполнению анализа и/или обработке результатов допускаются лица, прошедшие профессиональную подготовку на уровне не ниже среднего специального образования или прошедшие профессиональную переподготовку по направлениям, соответствующим проведению химического анализа.

8 Средства измерений, аппаратура, материалы, реактивы и растворы, вспомогательное оборудование

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений, аппаратуру, материалы, реактивы, растворы и вспомогательное оборудование:

- фотоэлектроколориметр или спектрофотометр по нормативным документам и/или технической документации;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II;
- термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498;
- барометр-анероид по нормативным документам и/или технической документации;
- гигрометр по нормативным документам и/или технической документации;
- плиту электрическую с закрытой спиралью по нормативным документам и/или технической документации;
- посуду лабораторную стеклянную по ГОСТ 25336;
- посуду мерную лабораторную стеклянную по ГОСТ 1770;
- чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- стекла часовые;
- посуду лабораторную из стеклоуглерода марки СУ-2000 по нормативным документам и/или технической документации;
- пипетки по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144;
- фильтры беззольные «белая лента» по нормативным документам и/или технической документации;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную в соотношении 7:3;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- олово двухлористое 2-водное по нормативным документам и/или технической документации, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3 в соляной кислоте (разбавленной в соотношении 7:3);
- натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3;
- карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691, насыщенный раствор, приготовленный в соответствии с 9.1.2;
- кристаллический фиолетовый, индикатор, по нормативным документам и/или технической документации, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм^3;
- толуол по ГОСТ 5789;
- сурьму марки Су00 по ГОСТ 1089, стружку, или государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов сурьмы с относительной погрешностью аттестованного значения не более ±1,0 % при доверительной вероятности P = 0,95;
- ГСО или стандартные образцы (СО) состава алюминиевых сплавов.

Примечания

1 Используемые реактивы должны соответствовать квалификации не ниже «чистый для анализа» (ч. д. а).

2 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

9 Подготовка к проведению анализа

9.1 Приготовление растворов

9.1.1 Смесь азотной, соляной и серной кислот

Две части раствора азотной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) смешивают с двумя частями соляной кислоты и одной частью раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1).

9.1.2 Насыщенный раствор карбамида (мочевины)

100 г мочевины растворяют в 100 см^3 горячей воды.

9.1.3 Стандартные растворы сурьмы

9.1.3.1 Стандартный раствор А сурьмы: навеску сурьмы массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 50 см^3 серной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом или

фарфоровой чашкой и нагревают до полного растворения сурьмы. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают 175 $см^3$ раствора серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), приливают 200 $см^3$ воды, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора А содержит 0,1 мг сурьмы.

Срок хранения раствора составляет три месяца.

9.1.3.2 Стандартный раствор Б сурьмы: 10 $см^3$ стандартного раствора А сурьмы пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 70 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

Раствор используют свежеприготовленным.

9.2 Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 150 $см^3$ последовательно помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 $см^3$ стандартного раствора Б сурьмы, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030; 0,035 мг сурьмы. Доливают раствором соляной кислоты (разбавленной в соотношении 7:3) до объема 10 $см^3$. Для восстановления сурьмы прибавляют одну-две капли раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора и далее проводят градуировочные растворы через все стадии анализа, как указано в 10.2.2.

После приготовления градуировочных растворов измеряют их оптическую плотность при длине волны 590—610 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к воде. Каждый раствор анализируют два-три раза и вычисляют среднее значение оптической плотности для каждого раствора, вычитая из полученного значения оптической плотности среднее значение оптической плотности пробы, не содержащей сурьму.

Допускается использование других градуировочных растворов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

Допускается использование СО состава алюминиевого сплава, подготовленных, так же, как и образцы, согласно разделу 10.

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

10 Проведение анализа

10.1 Приготовление анализируемого раствора пробы

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стеклоуглеродный тигель вместимостью 150 $см^3$, приливают по каплям 20 $см^3$ смеси кислот, приготовленной по 9.1.1, и 10 капель фтористоводородной кислоты, не допуская бурного растворения пробы.

После окончания реакции растворения пробы раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и осторожно упаривают до начала выделения густых белых паров серной кислоты. Раствор вновь охлаждают, обмывают стенки стакана водой и упаривают раствор досуха.

Стакан с осадком охлаждают, приливают 50 $см^3$ раствора соляной кислоты (разбавленной в соотношении 7:3) и растворяют соли при осторожном перемешивании стеклянной палочкой (для ускорения растворения допускается слегка подогреть раствор). Раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты (разбавленной в соотношении 7:3) и перемешивают.

Допускается проводить разложение проб при помощи нагревательных блоков (HotBlock) и микроволновых систем разложения.

10.2 Выполнение измерений

10.2.1 Отбирают аликвотную часть раствора пробы, в зависимости от массовой доли сурьмы, в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы в пробе, %	Аликвотная часть раствора пробы, $см^3$
От 0,010 до 0,050 включ.	10
Св. 0,050 до 0,100 включ.	5
Св. 0,100 до 0,300 включ.	2

10.2.2 Аликвотную часть раствора пробы помещают в делительную воронку вместимостью 150 $см^3$, разбавляют раствором соляной кислоты (разбавленной в соотношении 7:3) до объема 10 $см^3$. Для восстановления сурьмы прибавляют одну-две капли раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора, перемешивают встряхиванием и оставляют на 1 мин. Затем окисляют сурьму до валентности (V) добавлением 1 $см^3$ раствора азотистокислого натрия, делительную воронку закрывают пробкой и встряхивают в течение 2 мин. После этого открывают воронку, еще через 2 мин прибавляют 1 $см^3$ насыщенного раствора мочевины для разрушения избытка окислителя и перемешивают 30 с. Затем добавляют 70 $см^3$ воды, 0,5 $см^3$ раствора кристаллического фиолетового, 25 $см^3$ толуола, закрывают делительную воронку пробкой и энергично встряхивают в течение 1 мин.

После разделения фаз водный (нижний) слой сливают и отбрасывают, а органическую фазу (экстракт) фильтруют через беззольный фильтр в сухую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

10.2.3 Оптическую плотность полученного раствора анализируемой пробы измеряют при длине волны 590—610 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору сравнения — воде.

10.3 Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

По значению оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу сурьмы по градуировочному графику.

11 Обработка результатов анализа

11.1 Массовую долю сурьмы X, %, в пробах алюминиевых сплавов вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 100 \cdot V_к}{m \cdot 1000 \cdot V_а}, \quad (1)$$

где C — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, мг;

$V_к$ — объем анализируемого раствора пробы, $см^3$;

$V_а$ — объем аликвотной части анализируемого раствора пробы, отобранной для проведения измерений, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

11.2 За результат анализа $\bar{X}$ принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли сурьмы в пробе X_1 и X_2, полученных в условиях повторяемости, каждое из которых выполнено из отдельной навески, рассчитанное по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}. \quad (2)$$

11.3 Результат анализа считается приемлемым при условии, что абсолютное расхождение между результатами параллельных определений не превышает значений предела повторяемости r, указанных в таблице А.1.

Если абсолютное расхождение между результатами параллельных определений превышает предел повторяемости, то необходимо получить еще два результата определений.

Если при этом расхождение максимального и минимального результатов четырех определений равно или менее допустимого значения r, то окончательный результат выдают в виде среднего арифметического значения, рассчитанного из четырех определений.

Если расхождение максимального и минимального результатов четырех определений превышает допустимое значение r, то в качестве окончательного результата анализа принимают медиану четырех результатов параллельных определений.

Для этого результаты четырех определений упорядочивают в ряд по возрастанию и рассчитывают медиану по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_2 + X_3}{2}, \quad (3)$$

где X_2 и X_3 — второй и третий по величине результаты определений.

В этом случае выясняют и устраняют причины повышенного разброса результатов.

12 Оформление результатов анализа

12.1 Результат анализа при доверительной вероятности P = 0,95 в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде

$$\bar{X} \pm \Delta,$$

где $\bar{X}$ — результат анализа, %;

Δ — погрешность результатов анализа, приведенная в таблице А.1, %.

12.2 Результат анализа оформляют записью в журнале, протоколом или регистрируют на электронных носителях.

13 Контроль точности результатов анализа

13.1 В качестве средств контроля точности результатов анализа могут быть использованы СО, аттестованные смеси или рабочие пробы стабильного состава. При этом применяемые образцы контроля (ОК) должны быть адекватны анализируемым пробам. Погрешность аттестованного значения ОК должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа.

Если при проведении анализа применяют ОК, которые не использовались при установлении показателя точности результатов анализа, в случае превышения погрешности ОК, одной трети погрешности методики анализа, норматив контроля точности рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ат}^2 + \Delta_{\bar{X}}^2}, \quad (4)$$

где $\Delta_{ат}$ — значение характеристики погрешности аттестованного значения измеряемого элемента в ОК;

$\Delta_{\bar{X}}$ — значение характеристики погрешности результата анализа ОК в лаборатории.

13.2 Контроль точности результатов анализа допускается проводить с применением метода добавок. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы сохранились оптимальные условия проведения измерений, предусмотренные методикой выполнения анализа. При контроле точности результатов анализа с применением метода добавок найденное значение добавки $C_{д2}$ в процентах должно отличаться от ее введенного значения $C_{д1}$ в процентах не более чем на величину $\Delta_д$, %, рассчитанную по формуле

$$\Delta_д = 0{,}71\sqrt{R^2 + R_д^2}, \quad (5)$$

где R и $R_д$ — пределы воспроизводимости двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

При нарушении условия (4) или превышении величины $\Delta_д$, найденной по формуле (5), измерения повторяют в соответствии с разделом 10. При повторном нарушении условия (4) или превышении величины $\Delta_д$ измерения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

14 Требования безопасности выполняемых работ и экологической безопасности

14.1 Помещение, в котором проводят анализ, должно быть оборудовано общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021.

14.2 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

14.3 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, а также требования, приведенные в технической документации на оборудование.

14.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

14.5 Персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ Р 59123.

14.6 Утилизация отработанных проб, реактивов должна осуществляться в соответствии с действующими в лаборатории (на предприятии) нормативными документами.

Приложение А
(обязательное)

Значения погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости

Таблица А.1

Массовая доля сурьмы, %	Границы абсолютной погрешности измерений ±Δ, % (P = 0,95)	Нормативы точности, %	
		Предел повторяемости r (P = 0,95)	Предел воспроизводимости R (P = 0,95)
От 0,010 до 0,050 включ.	0,002	0,002	0,003
Св. 0,050 до 0,100 включ.	0,005	0,005	0,007
Св. 0,100 до 0,300 включ.	0,010	0,010	0,014

Библиография

[1] РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[2] РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[3] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 669.715:546.86:006.354

ОКС 77.120.10
77.040.30

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, сурьма, массовая доля, кристаллический фиолетовый, экстракция, фотометрический метод

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.04.2026. Подписано в печать 12.05.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru