УДК 669 018.44 : 546.86.06

Группа В39

② по всему тексту заменить „мл" на „см³", „л" на „дм³".

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУРЬМЫ	ОСТ1 90183—75

измен. № 2 в текст не проведено. см. изм.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на сплавы жаропрочные и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания сурьмы с предварительным концентрированием экстракцией толуолом, образующегося комплексного соединения (при содержании сурьмы от 0,001 до 0,01%).

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА ПО ОСТ 1 90181—75

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на реакции взаимодействия сурьмы с кристаллическим фиолетовым в солянокислой среде с образованием комплексного соединения, окрашенного в сине-фиолетовый цвет, экстрагируемого толуолом.

Определение заканчивают измерением содержания сурьмы фотоколориметрическим методом.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр марки ФЭК-Н-57;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67 или по ГОСТ 14261—69;

кислота азотная по ГОСТ 4461—57 или по ГОСТ 11125—73;

Рег. № ВИФС 4468 от 30/VII 1975 г.

РАЗРАБОТАН ВИАМ	УТВЕРЖДЕН МАП 16/V 1975 г.	Срок введения с 1/VII 1976 г
		Срок действия до ~~1/VII 1981 г.~~ 1986 г. ~~1991 г.~~ ~~Ин.Ук.7-81~~ ~~Ин.Ук.9-86~~

ро 01.07.96 (9-91)

gost.e-ecolog.ru

кислота серная по ГОСТ 4204—66 или по ГОСТ 14262—69,

смесь кислот: 3 части соляной кислоты (плотность 1, 19) и 1 часть азотной кислоты (плотность 1, 14);

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, 10%-ный раствор;

мочевина по ГОСТ 6691—67, насыщенный раствор, готовят следующим образом: 100 *г* мочевины помещают в стакан вместимостью 250—300 *мл* и растворяют в 100 *мл* воды;

олово хлористое, 25%-ный раствор в соляной кислоте, разбавленной 1 : 5,

толуол по ГОСТ 5789—69;

кристаллический фиолетовый по МРТУ6-09-5924—69, 0,1%-ный водный раствор; готовят следующим образом.

0,1 *г* кристаллического фиолетового растворяют в 100 *мл* воды;

сурьма сернокислая, стандартные растворы.

раствор А; готовят следующим образом: 0,05 *г* металлической сурьмы растворяют в 25 *мл* серной кислоты, разбавленной 1 : 1, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 *мл* и перемешивают.

1 *мл* стандартного раствора А содержит 0,001 *г* сурьмы;

раствор Б; готовят следующим образом 50 *мл* стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 *мл* и доливают соляной кислотой, разбавленной 1 : 5, до метки и перемешивают.

1 *мл* стандартного раствора Б содержит 0,00001 *г* сурьмы

4 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Для определения содержания сурьмы навески сплава 0,5 *г* (при содержании сурьмы от 0,001 до 0,005%) или 1 *г* (при содержании сурьмы от 0,0005 до 0,001%) помещают в стакан вместимостью 100—250 *мл*, приливают 30 *мл* смеси соляной и азотной кислот и 5 *мл* серной кислоты.

Затем стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании.

Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают. К содержимому стакана приливают 15 *мл* соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и осторожно нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, приливают 1—3 *мл* 25%-ного раствора хлористого олова, 2—4 *мл* 10%-ного раствора азотистокислого натрия и, периодически перемешивая раствор, дают раствору постоять в течение 3 *мин*. Затем приливают 1 *мл* насыщенного раствора мочевины, перемешивают раствор и переносят его в делительную воронку вместимостью 250 *мл*. К раствору приливают 30—40 *мл* воды, 10 капель 0,1%-ного раствора кристаллического фиолетового

20 *мл* толуола, после чего воронку с содержимым энергично встряхивают 2 *мин*. Толуольному и водному слоям дают отстояться в течение 1 *мин*, водный слой сливают, а толуольный переливают в кювету с толщиной поглощающего слоя 20 *мм* и через 3—5 *мин* измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром.

В качестве раствора сравнения используют толуол.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Содержание сурьмы определяют по градуировочному графику. При определении содержания сурьмы до 0,001% (навеска 1 *г*) содержание сурьмы в образце соответствует найденному по градуировочному графику. При определении сурьмы свыше 0,001 до 0,005% (навеска 0,5 *г*) содержание сурьмы, найденное по градуировочному графику, умножают на 2.

5.2. Построение градуировочного графика.

В 6 стаканов вместимостью 100 *мл* каждый последовательно приливают 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1 *мл* стандартного раствора *Б* сернокислой сурьмы, что соответствует 0,0005, 0,0006; 0,0007; 0,0008, 0,0009; 0,0010% сурьмы при навеске 1 *г*. В каждый стакан приливают 5 *мл* азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5 *мл* серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Далее анализ проводят, как указано в разд. 4.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре ФЭК-Н-57 с красным светофильтром.

В качестве раствора сравнения используют толуол. Одновременно в 7 стакане проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им значениям концентраций сурьмы строят градуировочный график.

5.3. Допустимые отклонения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание сурьмы, %	Допустимые отклонения между крайними результатами анализа
От 0,0005 до 0,001	0,0002
Св. 0,001 до 0,005	0,0004

gost.e-ecolog.ru