УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

## Методы определения галлия

ГОСТ 11739.26—90

Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of gallium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле галлия от 0,001 до 0,1%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле галлия от 0,05 до 1,0%) методы определения галлия.

## 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 ГАЛЛИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, экстракции галлия бутилацетатом из солянокислого раствора, его реэкстракции водой, образовании розового комплекса галлия с родамином С, экстракции комплекса смесью бензола с бутилацетатом и измерении оптической плотности экстракта при длине волны 564 нм.

2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и раствор 1:1

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

Титан треххлористый по ТУ 6—09—01—756

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

Натрий хлористый по ГОСТ 4233

Родамин С, раствор водный 5 г/дм

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999

Бутиловый эфир уксусной кислоты по ТУ 6—09—781 (бутилацетат) с обязательной перегонкой и использованием фракции с температурой кипения (125 ± 1)°С

Бензол по ГОСТ 5955

Смесь бутилацетата и бензола 1 4 по объему

Галлий металлический по ГОСТ 12797

Стандартные растворы галлия

Раствор А 0,25 г галлия растворяют при нагревании в 30 см³ раствора соляной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки тем же раствором соляной кислоты

1 см³ раствора А содержит 0,00025 г галлия

Раствор Б 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают

1 см³ раствора Б содержит 0,0000025 г галлия

2.3 Проведение анализа

2.3.1 Навеску пробы массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20—30 см³ раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании. Если проба содержит медь, то добавляют по каплям азотную кислоту до полного растворения пробы. Раствор выпаривают до влажных солей. В случае добавления азотной кислоты в колбу приливают 10 см³ раствора соляной кислоты и снова выпаривают раствор досуха. Эту операцию повторяют дважды. Растворяют соли в 10 см³ раствора соляной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³, колбу, в которой проводили растворение, обмывают 5—10 см³ того же раствора соляной кислоты и сливают его в ту же мерную колбу. Добавляют к раствору пробы 1—1,5 см³ треххлористого титана до устойчивой фиолетовой окраски и доливают раствором соляной кислоты до метки. Раствор из колбы переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, колбу ополаскивают из пипетки 10 см³ того же раствора соляной кислоты и сливают его в делительную воронку.

2.3.2 К раствору в делительной воронке добавляют пипеткой или из бюретки 35 см³ бутилацетата и встряхивают раствор в течение 1 мин. Отделяют водную фазу и дважды промывают органическую фазу (экстракт) 5 см³ раствора соляной кислоты, встряхивая экстракт с раствором кислоты в течение 1 мин.

2.3.3 К экстракту добавляют 15 см³ воды и встряхивают в течение 1 мин. Водную фазу (реэкстракт) сливают в фарфоровую чашку вместимостью 50 см³ и повторяют реэкстракцию. Вторую

водную фазу сливают в ту же фарфоровую чашку, добавляют 0,1 г сухого хлористого натрия и выпаривают реэкстракты на водяной бане досуха. Содержимое чашки растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³. Доливают раствор тем же раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

2.3.4. В пробирку с пробкой вместимостью 25—30 см³ отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1, при необходимости доливают пипеткой до 5 см³ раствора соляной кислоты, приливают 0,2 см³ трехххлористого титана, 10 см³ смеси бутилацетата и бензола и 0,5 см³ раствора родамина С. Встряхивают содержимое пробирки в течение 2 мин. Отделяют органическую фазу (экстракт) в делительной воронке и фильтруют ее через маленький бумажный фильтр «белая лента» в кювету для измерения оптической плотности.

Таблица 1

| Массовая доля галлия, % | Объем аликвотной части раствора, см³ | Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г |
|---|---|---|
| От 0,001 до 0,01 включ | 5,0 | 0,05 |
| Св. 0,01 » 0,05 » | 1,0 | 0,01 |
| » 0,05 » 0,1 » | 0,5 | 0,005 |

2.3.5. Оптическую плотность экстракта пробы измеряют сразу после экстракции при длине волны 564 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит смесь бутилацетата и бензола.

2.3.6. Раствор контрольного опыта готовят по п. 2.3.1 со всеми используемыми в анализе реактивами. Среднюю оптическую плотность растворов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности раствора пробы. Массовую долю галлия рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.7. *Построение градуировочного графика*

В девять конических колб вместимостью по 100 см³ помещают навески алюминия массой 0,25 г, растворяют по п. 2.3.1 и в семь колб отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0000025; 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003 г галлия. Затем растворы выпаривают, растворяют соли в растворе соляной кислоты, экстрагируют галлий бутилацетатом по п. 2.3.2, реэкстрагируют галлий водой по п. 2.3.3, экстрагируют комплекс галлия с родамином С по п. 2.3.4 и измеряют оптическую плотность экстракта согласно п. 2.3.5.

В качестве контрольных растворов используют растворы, не содержащие галлия.

По полученным значениям оптической плотности экстрактов и соответствующим им массам галлия строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю галлия ($X$) в процентах вычисляют по формуле

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

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

$m_1$ — масса навески в аликвотной части раствора пробы, г.

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

Таблица 2

| Массовая доля галлия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | результатов параллельных определений | результатов анализа |
| От 0,0010 до 0,0020 включ. | 0,0005 | 0,0003 |
| Св. 0,0020 » 0,0050 » | 0,0010 | 0,0015 |
| » 0,005 » 0,010 » | 0,002 | 0,003 |
| » 0,010 » 0,020 » | 0,003 | 0,004 |
| » 0,020 » 0,050 » | 0,005 | 0,006 |
| » 0,050 » 0,080 » | 0,008 | 0,010 |
| » 0,080 » 0,100 » | 0,010 | 0,015 |

## 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции галлия при длине волны 287,4 нм в пламени ацетилен-закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для галлия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см$^3$, растворы 1 : 1, 1 : 99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см$^3$.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм³.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм³.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм³: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды, а затем небольшими порциями 300 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Галлий металлический по ГОСТ 12797.

Стандартные растворы галлия

Раствор А: 1 г металлического галлия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 30 см³ смеси соляной и азотной кислот и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г галлия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г галлия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды и затем небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Колбу накрывают часовым стеклом и нагревают 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 100 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), 10 см³ хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. При массовой доле кремния менее 1% раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.3. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 3.3.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают 2—3 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.

3 3 4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 3.3 1, 3 3.2, 3 3 3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3 3 5 *Построение градуировочных графиков*

3.3.5 1. При массовой доле галлия от 0,05 до 0,1% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00025; 0,0003; 0,00035, 0,0004, 0,00045; 0,0005 г галлия

3 3 5 2 При массовой доле галлия от 0,1 до 1,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 г галлия

3 3 5 3 В растворы колб (по пп. 3 3.5.1, 3.3.5.2) добавляют по 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), по 10 см³ раствора хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

3 3.6 Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворь для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют атомную абсорбцию галлия при длине волны 287,4 нм

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

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

3.4 Обработка результатов

3.4 1. Массовую долю галлия ($X_1$)в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2)\,V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где $C_1$ — массовая концентрация галлия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

$C_2$ — массовая концентрация галлия 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 галлия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | результатов параллельных определений | результатов анализа |
| От 0,050 до 0,100 включ | 0,010 | 0,015 |
| Св. 0,10 » 0,25 » | 0,02 | 0,03 |
| » 0,25 » 0,50 » | 0,04 | 0,05 |
| » 0,50 » 1,00 » | 0,06 | 0,03 |

## 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 № 1963

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на которыи дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 3118—77 | 2 2, 3 2 | ГОСТ 10929—76 | 3 2 |
| ГОСТ 3773—72 | 3 2 | ГОСТ 11069—74 | 2 2, 3 2 |
| ГОСТ 4204—77 | 3 2 | ГОСТ 12797—77 | 2 2, 3 2 |
| ГОСТ 4233—77 | 2 2 | ГОСТ 25083—87 | 1 1 |
| ГОСТ 5457—75 | 3 2 | ТУ 6—09—781—71 | 2 2 |
| ГОСТ 5955—75 | 2 2 | ТУ 6—09—01—756—88 | 2 2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2 2, 3 2 | | |
| ГОСТ 10484—78 | 3 2 | | |

# СОДЕРЖАНИЕ


| | | |
|---|---|---|
| ГОСТ 11739.1—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения оксида алюминия | 3 |
| ГОСТ 11739.2—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения бора | 13 |
| ГОСТ 11739.4—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения висмута | 21 |
| ГОСТ 11739.5—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения ванадия | 29 |
| ГОСТ 11739.8—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения калия | 37 |
| ГОСТ 11739.9—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения кадмия | 42 |
| ГОСТ 11739.10—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения лития | 49 |
| ГОСТ 11739.16—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения никеля | 54 |
| ГОСТ 11739.17—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения олова | 66 |
| ГОСТ 11739.18—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Метод определения свинца | 73 |
| ГОСТ 11739.19—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения сурьмы | 78 |
| ГОСТ 11739.21—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения хрома | 85 |
| ГОСТ 11739.22—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения редкоземельных элементов и иттрия | 98 |
| ГОСТ 11739.25—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения скандия | 105 |
| ГОСТ 11739.26—90 | Сплавы алюминиевые литейные и деформируемые. Методы определения галлия | 112 |



Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *Т. А. Васильева*

Сдано в наб. 08.08.90. Подп. в печ. 17.10.90. 7,5 усл. п. л. 7,63 усл. кр.-отт. 7,01. уч.-изд. л.
Тир. 12000. Цена 1 р. 40 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557 Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1352


gost.e-ecolog.ru