

② по всему тикету зачекить "МЛ" № "Рел",
"Л" № "Дел".

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУРЬМЫ	ОСТ 1 90183—75
---	----------------

измен. и 2 в текст не проверено. Рел. Удес.
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. <i>1986 г.</i>

*Изм. № 7-81
Изм. № 9-86
по 01.07.86 (9-71)*

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 1,4);

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 сернистая, 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 В сернистой 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 вытравливают 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