

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ**

Методы определения олова

**ГОСТ
11739.17—90**Aluminium casting and wrought alloys.
Methods for determination of tin

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле олова от 0,005 до 0,1%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле олова от 0,01 до 1,0%) методы определения олова.

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 ОЛОВА**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в растворе гидроокиси натрия, образовании после нейтрализации раствора серной кислотой в водно-спиртовой среде оранжевого комплекса олова с фенилфлуороном, стабилизации его желатином и измерении оптической плотности раствора при длине волны 540 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

рН-метр.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм³.Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³ и растворы 1:1, 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, плотностью $0,91 \text{ г/см}^3$ и раствор 1:1.

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/дм^3 .

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 50 г/дм^3 .

Кислота аминорусная по ГОСТ 5860.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм^3 свежеприготовленный.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм^3 свежеприготовленный: $0,5 \text{ г}$ желатина добавляют к 100 см^3 воды, нагретой до температуры $(70 \pm 5) ^\circ\text{C}$, и растворяют при постоянном перемешивании.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенилфлуорон по ТУ 6—09—05—289 (используют препарат только розового цвета), спиртовой раствор $0,3 \text{ г/дм}^3$: $0,03 \text{ г}$ фенилфлуорона помещают в стакан вместимостью 50 см^3 , прибавляют 1 см^3 раствора серной кислоты (1:1), тщательно растирают стеклянной палочкой до однородной массы. После этого приливают $20—25 \text{ см}^3$ этилового спирта, хорошо перемешивают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , обмывают стакан спиртом, сливают в колбу, доливают раствор в колбе этиловым спиртом до метки и перемешивают.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью $1,19 \text{ г/см}^3$, раствор $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Буферный раствор с рН 1,6: $7,507 \text{ г}$ аминорусной кислоты и $5,85 \text{ г}$ хлористого натрия помещают в стакан вместимостью 200 см^3 и растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доливают водой до метки и перемешивают. Затем к 38 см^3 этого раствора добавляют 62 см^3 раствора соляной кислоты и перемешивают. Полученный буферный раствор контролируют на рН-метре.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Олово по ГОСТ 860 марки 01.

Стандартный раствор олова: $0,1 \text{ г}$ олова помещают в стакан вместимостью 100 см^3 , растворяют при нагревании в 10 см^3 серной кислоты, выпаривают раствор до появления белых паров, охлаждают, приливают 20 см^3 раствора серной кислоты (1:4) и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доливают до метки этим же раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит $0,0001 \text{ г}$ олова.

2.3 Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой $0,5 \text{ г}$ помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 , приливают $12,5 \text{ см}^3$ гидроксида натрия и растворяют сначала при комнатной температуре, а затем при слабом нагревании. По окончании растворения раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр

средней плотности («белая лента»), отбрасывая первые порции фильтрата

2 3 2 Отбирают 20 см³ отфильтрованного раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют раствором серной кислоты (1 1) по фенолфталеину, прибавляют 2 см³ раствора винной кислоты, нейтрализуют ее избыток раствором аммиака (1 1) (раствор розовеет от 1—2 капель), прибавляют 0,7 см³ раствора серной кислоты (1 1), 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 2 см³ раствора желатина. После добавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают

Непосредственно перед измерением оптической плотности в колбу добавляют 2 см³ раствора фенилфлуорона и 5 см³ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

2 3 3 Оптическую плотность раствора пробы измеряют через 5 мин при длине волны 540 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта

2 3 4 Раствор контрольного опыта готовят по пп 2 3 1, 2 3 2, используя вместо навески пробы навеску алюминия

Массовую долю олова рассчитывают по градуировочному графику

2 3 5 Построение градуировочного графика

В восемь конических колб вместимостью по 100 см³ помещают навески алюминия массой 0,5 г и после растворения навесок в 12,5 см³ раствора гидроксида натрия в семь из них последовательно отмеряют 0,25, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,000025, 0,00005, 0,0001, 0,0002; 0,0003, 0,0004; 0,0005 г олова. Затем переводят растворы в мерные колбы вместимостью по 250 см³, доливают водой до метки, перемешивают и продолжают по пп 2 3 2, 2 3 3. Раствор, не содержащий олова, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика

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

2 4 Обработка результатов

2 4 1 Массовую долю олова (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса олова в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г,

m_1 — масса навески пробы, г

2 4 2 Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл 1

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной абсорбции олова при длине волны 286,3 нм в пламени ацетилен-закись азота. Метод применяют для сплавов с массовой долей кремния не более 1%.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для олова

Ацетилен по ГОСТ 5457

Закись азота медицинская.

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

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

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 40 г/дм³: 20 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ воды и 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.

Олово по ГОСТ 860 марки 01.

Стандартные растворы олова

Раствор А: 1 г олова помещают в высокий стакан вместимостью 600 см³, добавляют 200 см³ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании в присутствии платины при температуре не более 80°С, не доводя раствор до кипения.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают раствором соляной кислоты 1:19 до метки, перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г олова

Раствор Б 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты (1 1), доливают раствором соляной кислоты (1 19) до метки и перемешивают, готовят перед употреблением

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г олова

3.3 Проведение анализа

3.3.1 Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают приблизительно 10 см³ воды и затем небольшими порциями 30 см³ раствора соляной кислоты (1 1) Колбу накрывают часовым стеклом и растворяют при слабом нагревании 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 в соответствии с табл 2, доливают раствором соляной кислоты (1 19) до метки и перемешивают

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Вместимость мерной колбы, см ³
От 0,01 до 0,1 включ	50
Св 0,1 » 0,5 »	100
» 0,5 » 1,0 »	200

Полученный раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата

3.3.2 Раствор контрольного опыта готовят согласно п 3.3.1, используя вместо навески пробы навеску алюминия

3.3.3 Построение градуировочных графиков

3.3.3.1 При массовой доле олова от 0,01 до 0,1% в шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ приливают 25 см³ раствора алюминия, в пять из них отмеряют 1,0, 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 см³ стандартного раствора Б что соответствует 0,0001, 0,00025, 0,0005, 0,00075, 0,001 г олова

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

3.3.3.3 При массовой доле олова свыше 0,5 до 1,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 12,5 см³ раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 2,5, 3,0, 3,5, 4,0,

4,5; 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0025; 0,003; 0,0035; 0,004; 0,0045; 0,005 г олова.

3.3.3.4. Растворы в колбах по пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2 и 3.3.3.3 доливают раствором соляной кислоты (1:19) до отметки и перемешивают.

3.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют атомную абсорбцию олова при длине волны 286,3 нм.

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

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

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю олова (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

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

C_2 — массовая концентрация олова 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 олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ	0,005	0,008
Св 0,025 » 0,050 »	0,010	0,015
» 0,050 » 0,100 »	0,015	0,020
» 0,100 » 0,250 »	0,025	0,030
» 0,25 » 0,50 »	0,05	0,08
» 0,50 » 1,00 »	0,10	0,15

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 № 1962

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 11739.17—78

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 860—75	2 2, 3 2	ГОСТ 10929—76	3 2
ГОСТ 3118—77	2 2, 3 2	ГОСТ 5830—75	2 2
ГОСТ 3760—79	2 2	ГОСТ 11069—74	2 2, 3 2
ГОСТ 4038—79	3 2	ГОСТ 11293—78	2 2
ГОСТ 4204—77	2 2	ГОСТ 18300—87	2 2
ГОСТ 4233—77	2 2	ГОСТ 25086—87	1 1
ГОСТ 4328—77	2 2	ТУ 6—09—05—289—	2 2
ГОСТ 5457—75	3 2	-75	
ГОСТ 5817—77	2 2		