

**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



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 (бутилцетат) с обязательной перегонкой и использованием фракции с температурой кипения $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$

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 треххлористого 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, см ³	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

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

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/см³, растворы 1:1, 1:99.

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

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 раствор 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

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

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 который 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 25085—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—	2 2
ГОСТ 4461—77	2 2, 3 2	—88	
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	60
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