

**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.

pH-метр.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и растворы 1:1, 1:4.



Аммиак водный по ГОСТ 3760, плотностью 0,91 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:1.

Фенолфталеин, спиртовой раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота аминокусусная по ГОСТ 5860.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный: 0,5 г желатина добавляют к 100 см<sup>3</sup> воды, нагретой до температуры (70±5) °С, 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 г/дм<sup>3</sup>: 0,03 г фенилфлуорона помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), тщательно растирают стеклянной палочкой до однородной массы. После этого приливают 20—25 см<sup>3</sup> этилового спирта, хорошо перемешивают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 г/см<sup>3</sup>, раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Буферный раствор с рН 1,6: 7,507 г аминокусусной кислоты и 5,85 г хлористого натрия помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup> и растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Затем к 38 см<sup>3</sup> этого раствора добавляют 62 см<sup>3</sup> 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 г олова помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, выпаривают раствор до появления белых паров, охлаждают, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4) и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки этим же раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г олова.

### 2.3 Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 12,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр

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

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

Непосредственно перед измерением оптической плотности в колбу добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора фенолфталеона и 5 см<sup>3</sup> 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. Раствор сравнения служит раствором 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 см<sup>3</sup> помещают навески алюминия массой 0,5 г и после растворения навесок в 12,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия в семь из них последовательно отмеряют 0,25, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, 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/см<sup>3</sup> и растворы 1:1 и 1:19.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 40 г/дм<sup>3</sup>: 20 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды и небольшими порциями 300 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, добавляют 200 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают раствором соляной кислоты 1:19 до метки, перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г олова

Раствор Б 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1 1), доливают раствором соляной кислоты (1 19) до метки и перемешивают, готовят перед употреблением

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают приблизительно 10 см<sup>3</sup> воды и затем небольшими порциями 30 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>
От 0,01 до 0,1 вкл.	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 см<sup>3</sup> приливают 25 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в пять из них отмеряют 1,0, 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в пять из них отмеряют 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают по 12,5 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 2,5, 3,0, 3,5, 4,0,

4,5; 5,0 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация олова в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля олова, %	Абсолютное допустимое 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		