

② по всему тексту заменить «МЛ» на «РЛ»  
 «Л» на «ДЛ»

## ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ.  
 МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ  
 СУРЬМЫ

ОСТ 1 90183—75

*измен. и 2 в киевой не проверялся. Рм. Ивн.*  
 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.

*1986, 1991, 1997, 2001, 2004, 2007, 2010, 2013, 2016, 2019, 2022, 2025, 2028, 2031, 2034, 2037, 2040, 2043, 2046, 2049, 2052, 2055, 2058, 2061, 2064, 2067, 2070, 2073, 2076, 2079, 2082, 2085, 2088, 2091, 2094, 2097, 2100, 2103, 2106, 2109, 2112, 2115, 2118, 2121, 2124, 2127, 2130, 2133, 2136, 2139, 2142, 2145, 2148, 2151, 2154, 2157, 2160, 2163, 2166, 2169, 2172, 2175, 2178, 2181, 2184, 2187, 2190, 2193, 2196, 2199, 2202, 2205, 2208, 2211, 2214, 2217, 2220, 2223, 2226, 2229, 2232, 2235, 2238, 2241, 2244, 2247, 2250, 2253, 2256, 2259, 2262, 2265, 2268, 2271, 2274, 2277, 2280, 2283, 2286, 2289, 2292, 2295, 2298, 2301, 2304, 2307, 2310, 2313, 2316, 2319, 2322, 2325, 2328, 2331, 2334, 2337, 2340, 2343, 2346, 2349, 2352, 2355, 2358, 2361, 2364, 2367, 2370, 2373, 2376, 2379, 2382, 2385, 2388, 2391, 2394, 2397, 2400, 2403, 2406, 2409, 2412, 2415, 2418, 2421, 2424, 2427, 2430, 2433, 2436, 2439, 2442, 2445, 2448, 2451, 2454, 2457, 2460, 2463, 2466, 2469, 2472, 2475, 2478, 2481, 2484, 2487, 2490, 2493, 2496, 2499, 2502, 2505, 2508, 2511, 2514, 2517, 2520, 2523, 2526, 2529, 2532, 2535, 2538, 2541, 2544, 2547, 2550, 2553, 2556, 2559, 2562, 2565, 2568, 2571, 2574, 2577, 2580, 2583, 2586, 2589, 2592, 2595, 2598, 2601, 2604, 2607, 2610, 2613, 2616, 2619, 2622, 2625, 2628, 2631, 2634, 2637, 2640, 2643, 2646, 2649, 2652, 2655, 2658, 2661, 2664, 2667, 2670, 2673, 2676, 2679, 2682, 2685, 2688, 2691, 2694, 2697, 2700, 2703, 2706, 2709, 2712, 2715, 2718, 2721, 2724, 2727, 2730, 2733, 2736, 2739, 2742, 2745, 2748, 2751, 2754, 2757, 2760, 2763, 2766, 2769, 2772, 2775, 2778, 2781, 2784, 2787, 2790, 2793, 2796, 2799, 2802, 2805, 2808, 2811, 2814, 2817, 2820, 2823, 2826, 2829, 2832, 2835, 2838, 2841, 2844, 2847, 2850, 2853, 2856, 2859, 2862, 2865, 2868, 2871, 2874, 2877, 2880, 2883, 2886, 2889, 2892, 2895, 2898, 2901, 2904, 2907, 2910, 2913, 2916, 2919, 2922, 2925, 2928, 2931, 2934, 2937, 2940, 2943, 2946, 2949, 2952, 2955, 2958, 2961, 2964, 2967, 2970, 2973, 2976, 2979, 2982, 2985, 2988, 2991, 2994, 2997, 3000, 3003, 3006, 3009, 3012, 3015, 3018, 3021, 3024, 3027, 3030, 3033, 3036, 3039, 3042, 3045, 3048, 3051, 3054, 3057, 3060, 3063, 3066, 3069, 3072, 3075, 3078, 3081, 3084, 3087, 3090, 3093, 3096, 3099, 3102, 3105, 3108, 3111, 3114, 3117, 3120, 3123, 3126, 3129, 3132, 3135, 3138, 3141, 3144, 3147, 3150, 3153, 3156, 3159, 3162, 3165, 3168, 3171, 3174, 3177, 3180, 3183, 3186, 3189, 3192, 3195, 3198, 3201, 3204, 3207, 3210, 3213, 3216, 3219, 3222, 3225, 3228, 3231, 3234, 3237, 3240, 3243, 3246, 3249, 3252, 3255, 3258, 3261, 3264, 3267, 3270, 3273, 3276, 3279, 3282, 3285, 3288, 3291, 3294, 3297, 3300, 3303, 3306, 3309, 3312, 3315, 3318, 3321, 3324, 3327, 3330, 3333, 3336, 3339, 3342, 3345, 3348, 3351, 3354, 3357, 3360, 3363, 3366, 3369, 3372, 3375, 3378, 3381, 3384, 3387, 3390, 3393, 3396, 3399, 3402, 3405, 3408, 3411, 3414, 3417, 3420, 3423, 3426, 3429, 3432, 3435, 3438, 3441, 3444, 3447, 3450, 3453, 3456, 3459, 3462, 3465, 3468, 3471, 3474, 3477, 3480, 3483, 3486, 3489, 3492, 3495, 3498, 3501, 3504, 3507, 3510, 3513, 3516, 3519, 3522, 3525, 3528, 3531, 3534, 3537, 3540, 3543, 3546, 3549, 3552, 3555, 3558, 3561, 3564, 3567, 3570, 3573, 3576, 3579, 3582, 3585, 3588, 3591, 3594, 3597, 3600, 3603, 3606, 3609, 3612, 3615, 3618, 3621, 3624, 3627, 3630, 3633, 3636, 3639, 3642, 3645, 3648, 3651, 3654, 3657, 3660, 3663, 3666, 3669, 3672, 3675, 3678, 3681, 3684, 3687, 3690, 3693, 3696, 3699, 3702, 3705, 3708, 3711, 3714, 3717, 3720, 3723, 3726, 3729, 3732, 3735, 3738, 3741, 3744, 3747, 3750, 3753, 3756, 3759, 3762, 3765, 3768, 3771, 3774, 3777, 3780, 3783, 3786, 3789, 3792, 3795, 3798, 3801, 3804, 3807, 3810, 3813, 3816, 3819, 3822, 3825, 3828, 3831, 3834, 3837, 3840, 3843, 3846, 3849, 3852, 3855, 3858, 3861, 3864, 3867, 3870, 3873, 3876, 3879, 3882, 3885, 3888, 3891, 3894, 3897, 3900, 3903, 3906, 3909, 3912, 3915, 3918, 3921, 3924, 3927, 3930, 3933, 3936, 3939, 3942, 3945, 3948, 3951, 3954, 3957, 3960, 3963, 3966, 3969, 3972, 3975, 3978, 3981, 3984, 3987, 3990, 3993, 3996, 4000*

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, 14);

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 серноокислая, 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 выдерживают 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