

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И  
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Метод определения лития

ГОСТ  
11739.10—90Aluminium casting and wrought alloys.  
Method for determination of lithium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения лития при массовой доле от 0,05 до 3,0%.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

## 2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и последующем измерении интенсивности излучения лития при длине волны 670,8 нм в пламени ацетилен-воздух.

## 3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный или спектрофотометр атомно-абсорбционный, работающий в режиме эмиссии.

Печь муфельная.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Ацетилен по ГОСТ 5457, очищенный серной кислотой.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

48r-95  
22

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1 и 1:99.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Литий углекислый по ТУ 6—09—3728.

Стандартный раствор лития: 5,32 г углекислого лития, предварительно высушенного при температуре 100—105 °С до постоянной массы, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при нагревании. После растворения охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора содержит 0,001 г лития.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 50 г/дм<sup>3</sup>: 25 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 600 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, затем небольшими порциями 400 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании, добавляя 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают приблизительно 10 см<sup>3</sup> воды, затем небольшими порциями 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и умеренно нагревают до окончания растворения. Добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят в течение 3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 4.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты (1:99) порциями по 10 см<sup>3</sup> (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокалывают при температуре 500—600 °С в течение 3 мин. После охлаждения к содержимому тигля добавляют четыре капли серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор упаривают досуха и после охлаждения остаток смачивают 2—3 см<sup>3</sup> воды и растворяют в 2—3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3. В зависимости от массовой доли лития согласно табл. 1 отбирают аликвотную часть раствора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

| Массовая доля лития, % | Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup> | Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г |
|------------------------|--|--|
| От 0,05 до 0,5 включ.  | 50   | 0,50   |
| Св. 0,5 » 3,0 »        | 10   | 0,05   |

4.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 4.1, 4.2, 4.3.

4.5. Построение градуировочных графиков

4.5.1. При массовой доле лития от 0,05 до 0,5% в семь мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> раствора алюминия. В шесть из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора лития, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г лития.

4.5.2. При массовой доле лития свыше 0,5 до 3,0% в шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 1 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в пять из них отмеряют 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора лития, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003 г лития.

4.5.3. Растворы в колбах по пп. 4.5.1 и 4.5.2 доливают до метки водой и перемешивают.

Растворы не содержащие лития, служат растворами контрольного опыта при построении градуировочных графиков.

4.6. Растворы, пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют интенсивность излучения лития при длине волны 670,8 нм.

По полученным значениям интенсивности излучения и соответствующим им массовым концентрациям лития строят градуировочный график.

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

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю лития ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $C$  — массовая концентрация лития в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_0$  — массовая концентрация лития в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля лития, %   | Абсолютное допускаемое расхождение, % |                     |
|--------------------------|---------------------------------------|---------------------|
|                          | результатов параллельных определений  | результатов анализа |
| От 0,050 до 0,100 включ. | 0,004                                 | 0,005               |
| Св. 0,10 » 0,25 »        | 0,01                                  | 0,02                |
| » 0,25 » 0,50 »          | 0,02                                  | 0,03                |
| » 0,50 » 1,00 »          | 0,03                                  | 0,04                |
| » 1,00 » 3,00 »          | 0,05                                  | 0,06                |

## 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; М. Н. Горлова, канд. хим.  
наук; В. А. Осипова, канд. хим. наук.

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЯСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1961

## 3. Периодичность проверки — 5 лет

## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 11739.10—78

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, раздела | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, раздела |
|---|-----------------------|---|-----------------------|
| ГОСТ 3118—77                            | 3                     | ГОСТ 10484—78                           | 3                     |
| ГОСТ 4038—79                            | 3                     | ГОСТ 10929—76                           | 3                     |
| ГОСТ 4204—77                            | 3                     | ГОСТ 11069—74                           | 3                     |
| ГОСТ 4461—77                            | 3                     | ГОСТ 25086—87                           | 1.1                   |
| ГОСТ 5457—75                            | 3                     | ТУ 6—09—3728—74                         | 3                     |