

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/см<sup>3</sup> и раствор 1:1

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

Титан треххлористый по ТУ 6—09—01—756



Натрии 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 (бл т т це гат) 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки тем же раствором соляной кислоты

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,00025 г галлия

Раствор Б 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0 0000025 г галлия

23 Проведение анализа

231 Навеску пробы массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20—30 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и снова выпаривают раствор досуха. Эту операцию повторяют дважды. Растворяют соли в 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, колбу, в которой проводили растворение, обмывают 5—10 см<sup>3</sup> того же раствора соляной кислоты и сливают его в ту же мерную колбу. Добавляют к раствору пробы 1—1,5 см<sup>3</sup> треххлористого титана до устойчивой фиолетовой окраски и доливают раствором соляной кислоты до метки. Раствор из колбы переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, колбу ополаскивают из пипетки 10 см<sup>3</sup> того же раствора соляной кислоты и сливают его в делительную воронку.

232 К раствору в делительной воронке добавляют пипеткой или из бюретки 35 см<sup>3</sup> бутилацетата и встряхивают раствор в течение 1 мин. Отделяют водную фазу и дважды промывают органическую фазу (экстракт) 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, встряхивая экстракт с раствором кислоты в течение 1 мин.

233 К экстракту добавляют 15 см<sup>3</sup> воды и встряхивают в течение 1 мин. Водную фазу (реэкстракт) сливают в фарфоровую чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Доливают раствор тем же раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

2.3.4. В пробирку с пробкой вместимостью 25—30 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 1, при необходимости доливают пипеткой до 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, приливают 0,2 см<sup>3</sup> треххлористого титана, 10 см<sup>3</sup> смеси бутилацетата и бензола и 0,5 см<sup>3</sup> раствора роданина 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 <sup>3</sup> | 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 роданином 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-закиси 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/см<sup>3</sup>, растворы 1:1, 1:99.

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

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

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

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм<sup>3</sup>: 10 г алюминия помещают в стакан: вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, а затем 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.

Галлий металлический по ГОСТ 12797.

Стандартные растворы галлия

Раствор А: 1 г металлического галлия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

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

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 водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают приблизительно 10 см<sup>3</sup> воды и затем небольшими порциями 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают 2—3 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 прокаливают 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.

3.3.2, 3.3.3. 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 см<sup>3</sup> приливают по 25 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 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 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1 : 1), по 10 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация галлия 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 галлия, % | Абсолютное допустимое 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—<br>—88                  | 2 2          |
| ГОСТ 4461—77                            | 2 2, 3 2     |   |              |
| 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 набор 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