

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ  
И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ****Метод определения натрия**

Aluminium casting and deformable alloys.

Method for determination of sodium

**ГОСТ****11739.15—82****(СТ СЭВ 1555—79)****Взамен****ГОСТ 11739.15—78**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 июля 1982 г. № 2604 срок введения установлен

**с 01.07.83**

Постановлением Госстандарта СССР от 03.12.87 № 4265 срок действия продлен до 01.07.93

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения натрия (при массовой доле натрия от 0,0002 до 0,05 %).

Метод основан на измерении интенсивности резонансного дублета натрия 589,0—589,6 нм, возбуждающегося в ацетиленово-воздушном пламени. Для устранения эффекта частичного гашения излучения натрия в присутствии основы сплава, а также кислот, применяющихся для разложения сплава, последние в соответствующих количествах входят в растворы градуировочных образцов.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1555—79.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Пламенный спектрофотометр.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5474—66.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, разбавленная 1:1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Переиздание. Ноябрь 1989 г.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:3.

Вода бидистиллированная: готовят перегонкой дистиллированной воды по ГОСТ 6709—72 в кварцевом аппарате и хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

Хлористый алюминий, раствор.

50 г алюминия по ГОСТ 11069—74 растворяют в 800 см<sup>3</sup> соляной кислоты. После окончания растворения жидкость переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 50 мг алюминия.

Стандартный раствор натрия: содержимое ампулы 0,1 н. фиксаля хлористого натрия переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> отбирают 4,35 см<sup>3</sup> раствора, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,01 мг натрия.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в кварцевую колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, снабженную обратным холодильником, растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, смесь нагревают для лучшей растворимости. Добавляют 1 см<sup>3</sup> перекиси водорода и кипятят 5 мин. После завершения растворения холодильник и стенки колбы обмывают 20 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. При массовой доле кремния в анализируемом образце, превышающем 1 %, анализ проводят следующим образом: по окончании растворения в стакан вводят бумажную массу, предварительно тщательно промытую бидистиллированной водой. Затем фильтруют через беззольный фильтр в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Фильтр с осадком промывают 10 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, далее в платиновом тигле высушивают при 120 °С. Фильтр озоляют, не допуская его вспыхивания во избежание потерь (максимальная температура 550 °С). После охлаждения к содержимому тигля прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты, 2 см<sup>3</sup> серной кислоты и затем по каплям азотной кислоты пока раствор не станет прозрачным. Раствор выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты и еще нагревают 10 мин при 700 °С. После охлаждения содержимое тигля смачивают 3 см<sup>3</sup> горячей бидистиллированной воды и добавляют 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор слегка нагревают, в случае необходимости фильтруют и присоединяют к основному раствору. Полученный раствор разбавляют бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

Полученные растворы распыляют в ацетиленово-воздушное пламя и измеряют интенсивность резонансного дублета натрия 589,0—589,6 нм с применением атомно-абсорбционного спектрофотометра Перкин—Эльмер 300, работающего в эмиссионном режиме и снабженного электронным потенциометром КСП-4.

Условия измерения: ширина щели 0,002 мм, расход газов: воздуха 16 дм<sup>3</sup>/мин, ацетилена 5,5 дм<sup>3</sup>/мин, регистрируемый участок спектра 580—600 нм, высота фотометрируемого участка пламени 1 см. Однощелевая горелка длиной 100 мм располагается перпендикулярно лучу света.

При использовании пламенных спектрофотометров другого типа допускается изменение степени разбавления растворов анализируемых и градуировочных образцов, а также условий измерения интенсивности резонансного дублета натрия. Одновременно ведут контрольный опыт.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 200 см<sup>3</sup> приливают по 24 см<sup>3</sup> соляной кислоты, по 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого алюминия, а также 0,2; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 50,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора натрия, что соответствует массовой доле натрия в градуировочных образцах, равной 0,0002; 0,001; 0,002; 0,005; 0,01; 0,02 и 0,05 %. В одну из колб натрий не вводят и содержащийся в ней раствор используют в качестве контрольного опыта для построения градуировочного графика.

Растворы разбавляют бидистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают, распыляют в ацетиленово-воздушное пламя и регистрируют интенсивность резонансного дублета натрия в описанных выше условиях.

По результатам измерения интенсивности резонансного дублета натрия строят градуировочный график.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Результаты анализа находят непосредственно из градуировочного графика.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля натрия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0002 до 0,0005	0,00004
Св. 0,0005 » 0,001	0,0001
» 0,001 » 0,003	0,0002
» 0,003 » 0,009	0,0015
» 0,009 » 0,025	0,008
» 0,025 » 0,05	0,005