

② по весу текегу замесить "мл" на "г" "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, 3999, 4002, 4005, 4008, 4011, 4014, 4017, 4020, 4023, 4026, 4029, 4032, 4035, 4038, 4041, 4044, 4047, 4050, 4053, 4056, 4059, 4062, 4065, 4068, 4071, 4074, 4077, 4080, 4083, 4086, 4089, 4092, 4095, 4098, 4101, 4104, 4107, 4110, 4113, 4116, 4119, 4122, 4125, 4128, 4131, 4134, 4137, 4140, 4143, 4146, 4149, 4152, 4155, 4158, 4161, 4164, 4167, 4170, 4173, 4176, 4179, 4182, 4185, 4188, 4191, 4194, 4197, 4200, 4203, 4206, 4209, 4212, 4215, 4218, 4221, 4224, 4227, 4230, 4233, 4236, 4239, 4242, 4245, 4248, 4251, 4254, 4257, 4260, 4263, 4266, 4269, 4272, 4275, 4278, 4281, 4284, 4287, 4290, 4293, 4296, 4299, 4302, 4305, 4308, 4311, 4314, 4317, 4320, 4323, 4326, 4329, 4332, 4335, 4338, 4341, 4344, 4347, 4350, 4353, 4356, 4359, 4362, 4365, 4368, 4371, 4374, 4377, 4380, 4383, 4386, 4389, 4392, 4395, 4398, 4401, 4404, 4407, 4410, 4413, 4416, 4419, 4422, 4425, 4428, 4431, 4434, 4437, 4440, 4443, 4446, 4449, 4452, 4455, 4458, 4461, 4464, 4467, 4470, 4473, 4476, 4479, 4482, 4485, 4488, 4491, 4494, 4497, 4500, 4503, 4506, 4509, 4512, 4515, 4518, 4521, 4524, 4527, 4530, 4533, 4536, 4539, 4542, 4545, 4548, 4551, 4554, 4557, 4560, 4563, 4566, 4569, 4572, 4575, 4578, 4581, 4584, 4587, 4590, 4593, 4596, 4599, 4602, 4605, 4608, 4611, 4614, 4617, 4620, 4623, 4626, 4629, 4632, 4635, 4638, 4641, 4644, 4647, 4650, 4653, 4656, 4659, 4662, 4665, 4668, 4671, 4674, 4677, 4680, 4683, 4686, 4689, 4692, 4695, 4698, 4701, 4704, 4707, 4710, 4713, 4716, 4719, 4722, 4725, 4728, 4731, 4734, 4737, 4740, 4743, 4746, 4749, 4752, 4755, 4758, 4761, 4764, 4767, 4770, 4773, 4776, 4779, 4782, 4785, 4788, 4791, 4794, 4797, 4800, 4803, 4806, 4809, 4812, 4815, 4818, 4821, 4824, 4827, 4830, 4833, 4836, 4839, 4842, 4845, 4848, 4851, 4854, 4857, 4860, 4863, 4866, 4869, 4872, 4875, 4878, 4881, 4884, 4887, 4890, 4893, 4896, 4899, 4902, 4905, 4908, 4911, 4914, 4917, 4920, 4923, 4926, 4929, 4932, 4935, 4938, 4941, 4944, 4947, 4950, 4953, 4956, 4959, 4962, 4965, 4968, 4971, 4974, 4977, 4980, 4983, 4986, 4989, 4992, 4995, 4998, 5001, 5004, 5007, 5010, 5013, 5016, 5019, 5022, 5025, 5028, 5031, 5034, 5037, 5040, 5043, 5046, 5049, 5052, 5055, 5058, 5061, 5064, 5067, 5070, 5073, 5076, 5079, 5082, 5085, 5088, 5091, 5094, 5097, 5100, 5103, 5106, 5109, 5112, 5115, 5118, 5121, 5124, 5127, 5130, 5133, 5136, 5139, 5142, 5145, 5148, 5151, 5154, 5157, 5160, 5163, 5166, 5169, 5172, 5175, 5178, 5181, 5184, 5187, 5190, 5193, 5196, 5199, 5202, 5205, 5208, 5211, 5214, 5217, 5220, 5223, 5226, 5229, 5232, 5235, 5238, 5241, 5244, 5247, 5250, 5253, 5256, 5259, 5262, 5265, 5268, 5271, 5274, 5277, 5280, 5283, 5286, 5289, 5292, 5295, 5298, 5301, 5304, 5307, 5310, 5313, 5316, 5319, 5322, 5325, 5328, 5331, 5334, 5337, 5340, 5343, 5346, 5349, 5352, 5355, 5358, 5361, 5364, 5367, 5370, 5373, 5376, 5379, 5382, 5385, 5388, 5391, 5394, 5397, 5400, 5403, 5406, 5409, 5412, 5415, 5418, 5421, 5424, 5427, 5430, 5433, 5436, 5439, 5442, 5445, 5448, 5451, 5454, 5457, 5460, 5463, 5466, 5469, 5472, 5475, 5478, 5481, 5484, 5487, 5490, 5493, 5496, 5499, 5502, 5505, 5508, 5511, 5514, 5517, 5520, 5523, 5526, 5529, 5532, 5535, 5538, 5541, 5544, 5547, 5550, 5553, 5556, 5559, 5562, 5565, 5568, 5571, 5574, 5577, 5580, 5583, 5586, 5589, 5592, 5595, 5598, 5601, 5604, 5607, 5610, 5613, 5616, 5619, 5622, 5625, 5628, 5631, 5634, 5637, 5640, 5643, 5646, 5649, 5652, 5655, 5658, 5661, 5664, 5667, 5670, 5673, 5676, 5679, 5682, 5685, 5688, 5691, 5694, 5697, 5700, 5703, 5706, 5709, 5712, 5715, 5718, 5721, 5724, 5727, 5730, 5733, 5736, 5739, 5742, 5745, 5748, 5751, 5754, 5757, 5760, 5763, 5766, 5769, 5772, 5775, 5778, 5781, 5784, 5787, 5790, 5793, 5796, 5799, 5802, 5805, 5808, 5811, 5814, 5817, 5820, 5823, 5826, 5829, 5832, 5835, 5838, 5841, 5844, 5847, 5850, 5853, 5856, 5859, 5862, 5865, 5868, 5871, 5874, 5877, 5880, 5883, 5886, 5889, 5892, 5895, 5898, 5901, 5904, 5907, 5910, 5913, 5916, 5919, 5922, 5925, 5928, 5931, 5934, 5937, 5940, 5943, 5946, 5949, 5952, 5955, 5958, 5961, 5964, 5967, 5970, 5973, 5976, 5979, 5982, 5985, 5988, 5991, 5994, 5997, 6000, 6003, 6006, 6009, 6012, 6015, 6018, 6021, 6024, 6027, 6030, 6033, 6036, 6039, 6042, 6045, 6048, 6051, 6054, 6057, 6060, 6063, 6066, 6069, 6072, 6075, 6078, 6081, 6084, 6087, 6090, 6093, 6096, 6099, 6102, 6105, 6108, 6111, 6114, 6117, 6120, 6123, 6126, 6129, 6132, 6135, 6138, 6141, 6144, 6147, 6150, 6153, 6156, 6159, 6162, 6165, 6168, 6171, 6174, 6177, 6180, 6183, 6186, 6189, 6192, 6195, 6198, 6201, 6204, 6207, 6210, 6213, 6216, 6219, 6222, 6225, 6228, 6231, 6234, 6237, 6240, 6243, 6246, 6249, 6252, 6255, 6258, 6261, 6264, 6267, 6270, 6273, 6276, 6279, 6282, 6285, 6288, 6291, 6294, 6297, 6300, 6303, 6306, 6309, 6312, 6315, 6318, 6321, 6324, 6327, 6330, 6333, 6336, 6339, 6342, 6345, 6348, 6351, 6354, 6357, 6360, 6363, 6366, 6369, 6372, 6375, 6378, 6381, 6384, 6387, 6390, 6393, 6396, 6399, 6402, 6405, 6408, 6411, 6414, 6417, 6420, 6423, 6426, 6429, 6432, 6435, 6438, 6441, 6444, 6447, 6450, 6453, 6456, 6459, 6462, 6465, 6468, 6471, 6474, 6477, 6480, 6483, 6486, 6489, 6492, 6495, 6498, 6501, 6504, 6507, 6510, 6513, 6516, 6519, 6522, 6525, 6528, 6531, 6534, 6537, 6540, 6543, 6546, 6549, 6552, 6555, 6558, 6561, 6564, 6567, 6570, 6573, 6576, 6579, 6582, 6585, 6588, 6591, 6594, 6597, 6600, 6603, 6606, 6609, 6612, 6615, 6618, 6621, 6624, 6627, 6630, 6633, 6636, 6639, 6642, 6645, 6648, 6651, 6654, 6657, 6660, 6663, 6666, 6669, 6672, 6675, 6678, 6681, 6684, 6687, 6690, 6693, 6696, 6699, 6702, 6705, 6708, 6711, 6714, 6717, 6720, 6723, 6726, 6729, 6732, 6735, 6738, 6741, 6744, 6747, 6750, 6753, 6756, 6759, 6762, 6765, 6768, 6771, 6774, 6777, 6780, 6783, 6786, 6789, 6792, 6795, 6798, 6801, 6804, 6807, 6810, 6813, 6816, 6819, 6822, 6825, 6828, 6831, 6834, 6837, 6840, 6843, 6846, 6849, 6852, 6855, 6858, 6861, 6864, 6867, 6870, 6873, 6876, 6879, 6882, 6885, 6888, 6891, 6894, 6897, 6900, 6903, 6906, 6909, 6912, 6915, 6918, 6921, 6924, 6927, 6930, 6933, 6936, 6939, 6942, 6945, 6948, 6951, 6954, 6957, 6960, 6963, 6966, 6969, 6972, 6975, 6978, 6981, 6984, 6987, 6990, 6993, 6996, 6999, 7002, 7005, 7008, 7011, 7014, 7017, 7020, 7023, 7026, 7029, 7032, 7035, 7038, 7041, 7044, 7047, 7050, 7053, 7056, 7059, 7062, 7065, 7068, 7071, 7074, 7077, 7080, 7083, 7086, 7089, 7092, 7095, 7098, 7101, 7104, 7107, 7110, 7113, 7116, 7119, 7122, 7125, 7128, 7131, 7134, 7137, 7140, 7143, 7146, 7149, 7152, 7155, 7158, 7161, 7164, 7167, 7170, 7173, 7176, 7179, 7182, 7185, 7188, 7191, 7194, 7197, 7200, 7203, 7206, 7209, 7212, 7215, 7218, 7221, 7224, 7227, 7230, 7233, 7236, 7239, 7242, 7245, 7248, 7251, 7254, 7257, 7260, 7263, 7266, 7269, 7272, 7275, 7278, 7281, 7284, 7287, 7290, 7293, 7296, 7299, 7302, 7305, 7308, 7311, 7314, 7317, 7320, 7323, 7326, 7329, 7332, 7335, 7338, 7341, 7344, 7347, 7350, 7353, 7356, 7359, 7362, 7365, 7368, 7371, 7374, 7377, 7380, 7383, 7386, 7389, 7392, 7395, 7398, 7401, 7404, 7407, 7410, 7413, 7416, 7419, 7422, 7425, 7428, 7431, 7434, 7437, 7440, 7443, 7446, 7449, 7452, 7455, 7458, 7461, 7464, 7467, 7470, 7473, 7476, 7479, 7482, 7485, 7488, 7491, 7494, 7497, 7500, 7503, 7506, 7509, 7512, 7515, 7518, 7521, 7524, 7527, 7530, 7533, 7536, 7539, 7542, 7545, 7548, 7551, 7554, 7557, 7560, 7563, 7566, 7569, 7572, 7575, 7578, 7581, 758

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 слям 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