Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения лантана

Magnesium alloys.
Methods for determination of lanthanum

ГОСТ 3240.9—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения лантана (при массовой доле лантана от 0,5 до 2 %) и фотометрический метод определения лантана (при массовой доле лантана от 0,2 до 2 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЛАНТАНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности молекулярных полос монооксиси лантана с кантами при 794 и 743 нм, возбуждающихся в ацетиленово-воздушном пламени. Гашение излучения окиси лантана в присутствии магния-цинка подавляют введением в анализируемые растворы азотнокислого аммония.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр пламенный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор, готовят следующим образом: 600 г реактива растворяют при нагревании в дистиллированной воде и разбавляют водой до 1 $дм^3$.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Раствор магния 50 г/$дм^3$: 50 г магния растворяют в 800 $см^3$ раствора соляной кислоты и разбавляют водой до 1 $дм^3$.

Стандартный раствор лантана: 2,345 г прокаленной при 600 °С в течение 2 ч и охлажденной в эксикаторе химически чистой окиси лантана переносят в коническую колбу вместимостью 400 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ раствора соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,002 г лантана.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 1 г переносят в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 15 $см^3$ соляной кислоты, добавляют 15 $см^3$ раствора азотнокислого аммония, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, разбавляют водой до метки, тщательно перемешивают, вводят в распылитель пламенного спектрофотометра и записывают спектральные полосы окиси лантана 743 нм или 794 нм. Измерив высоту пиков окиси лантана, находят содержание лантана по графику, построен-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

ному по градуировочным растворам. Наклон градуировочных графиков периодически (через каждые четыре пробы) проверяют по градуировочным растворам.

2.3.2. В пять мерных колб вместимостью 100 см^3 вводят по 40 см^3 раствора магния, по 30 см^3 раствора азотнокислого аммония, 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 стандартного раствора лантана, что соответствует 0; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 г лантана. Растворы доливают до метки водой, перемешивают, вводят в капилляр распылителя и регистрируют интенсивность полос моноокиси лантана. По результатам измерений строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю лантана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса лантана, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Таблица 1

Массовая доля лантана, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1,0	0,03
Св. 1,0 » 2,0	0,06

2.5. Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли лантана от 0,5 до 2 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, а также отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли лантана методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЛАНТАНА

3.1. Сущность метода

Лантан образует с арсеназо III комплексное соединение при pH 3,0—3,5, окрашенное в малиново-красный цвет. Для устранения мешающего влияния железа, меди и остатков алюминия вводят тиомочевину и сульфосалициловую кислоту. Для связывания циркония в комплекс добавляют фениларсоновую кислоту. Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре или спектрофотометре при λ_{max} = 656 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФД-2 или СФ-4А или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1 %-ный раствор.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Раствор магния 1 г/дм^3: 1 г металлического магния растворяют в 60 см^3 раствора соляной кислоты и доливают водой до 1 дм^3.

Индикатор пентаметоксикрасный, 0,1 %-ный раствор; готовят и хранят по ГОСТ 4919.1.

Арсеназо III, 0,04 %-ный раствор.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, 5 %-ный раствор.

Сульфосалициловая кислота по ГОСТ 4478, 20 %-ный раствор.

Кислота щавелевая, насыщенный раствор и 3 %-ный раствор.

Фениларсоновая кислота, 5 %-ный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, 50 %-ный раствор.

Стандартный раствор лантана.

Лантан хлористый $LaCl_3 \cdot 7H_2O$, раствор; готовят следующим образом: 2,6738 г соли растворяют в 40—50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, добавляют 100 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Титр раствора устанавливают весовым оксалатным методом следующим образом: 10 см³ раствора помещают в стакан, выпаривают на плите почти досуха, добавляют 40 см³ 1 %-ного раствора соляной кислоты, доводят почти до кипения, прибавляют 30 см³ горячего раствора щавелевой кислоты, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и раствор с выпавшим осадком оставляют до следующего дня. Затем осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента» и промывают 3 %-ным холодным раствором щавелевой кислоты. Осадок с фильтром сушат, прокаливают при 950 °С в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают осадок. Коэффициент пересчета окисла лантана на лантан 0,8529.

Раствор содержит 1 мг лантана в 1 см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 1 г (при массовой доле лантана менее 1,5 %) и 0,5 г (при содержании лантана более 1,5 %) растворяют в 40 см³ разбавленной соляной кислоты при нагревании.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Если необходимо, часть раствора отфильтровывают, отбирают аликвотную часть 1 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до 30—40 см³. К раствору приливают 2,0 см³ раствора тиомочевины, затем выдерживают раствор 3—4 мин и добавляют 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см³ раствора фениларсоновой кислоты, после этого прибавляют 5—6 капель индикатора и нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до исчезновения розовой окраски. Затем приливают 5 см³ арсеназо III, разбавляют водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при λ_{max} = 655 нм (красный светофильтр) в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Содержание лантана определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В серию мерных колб вместимостью 250 см³ вводят 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; 18,0 и 20,00 см³ стандартного раствора лантана, что соответствует 0; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,012; 0,014; 0,016; 0,018 и 0,020 г лантана, добавляют по 30 см³ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотные части по 1 см³ в мерные колбы вместимостью по 100 см³, разбавляют водой приблизительно до 20—30 см³, добавляют 4 см³ раствора магния и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю лантана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1},$$

где m — масса лантана, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля лантана, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,2 до 0,5	0,02
Св. 0,5 » 0,9	0,03
» 0,9 » 2,0	0,05

3.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—97	2.5	ГОСТ 4919.1—77	3.2
ГОСТ 199—78	3.2	ГОСТ 5457—75	2.2
ГОСТ 804—93	2.2, 3.2	ГОСТ 6344—73	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 22867—77	2.2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 25086—87	2.5
ГОСТ 4478—78	3.2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)

gost.e-ecolog.ru