Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения циркония

Magnesium alloys.
Methods for determination of zirconium

ГОСТ 3240.5—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения циркония (при массовой доле циркония от 0,05 до 1,5 %) и фотометрический метод определения циркония (при массовой доле циркония от 0,00005 до 0,01 %)

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИРКОНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и титровании циркония раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:6, 2 М раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, 10 %-ный раствор.

Натрий пиросернокислый по ТУ 6—09—5404.

Ксиленоловый оранжевый, 0,1 %-ный раствор, готовят и хранят по ГОСТ 4919.1.

Кислота фениларсоновая, 1 %-ный раствор.

Циркония (IV) хлорокись, 8-водная (цирконил хлористый).

Стандартный раствор циркония: 0,353 г хлористого цирконила растворяют в 2 М растворе соляной кислоты и доливают объем раствора этой же кислотой до 100 см^3.

1 см^3 раствора содержит 1 мг циркония.

Для установки титра раствора циркония отбирают пипеткой 10 см^3 раствора в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 100 см^3 воды. Раствор нагревают до кипения и добавляют 15 см^3 фениларсоновой кислоты. Раствор с выпавшим осадком кипятят 10 мин, избегая бурного кипения. Фильтруют через два фильтра средней плотности и промывают 5—6 раз горячей водой. Фильтр с осадком сушат, сжигают и прокаливают при 1050 °С в течение 3 ч.

Титр раствора циркония (T), выраженный в г/см^3 циркония, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0{,}7403}{V},$$

где m — масса двуокиси циркония, г;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий;

V — аликвотная часть раствора хлористого цирконила, см^3.

gost.e-ecolog.ru

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'—тетрауксусной кислоты, (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,0125 М раствор; готовят следующим образом: 4,6531 г трилона Б растворяют в 1000 см³ воды. Титр раствора трилона Б устанавливают по раствору хлористого циркония следующим образом: 5 см³ стандартного раствора циркония отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 70 см³ воды, подогретой до 80—90 °С, 30 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и шесть капель ксиленолового оранжевого. Титруют раствором трилона Б до изменения цвета раствора из розового в желтый.

Титр раствора трилона Б (T_1), выраженный в г/см³ циркония, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m}{V_1},$$

где m — количество циркония, содержащееся в аликвотной части раствора циркония, г;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

Массу навески сплава определяют в зависимости от содержания циркония, как указано в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля циркония, %	Масса навески сплава, г
От 0,05 до 0,1	2
Св. 0,1 » 1,0	1
» 1,0 » 1,5	0,5

Навеску сплава помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1.

К горячему раствору приливают 70 см³ воды, подогретой до 80—90 °С, 30 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, шесть капель ксиленолового оранжевого и горячий раствор титруют раствором трилона Б до изменения цвета от розового до устойчивого желтого.

Если при растворении сплава остается черный осадок нерастворившегося элементарного циркония, его отфильтровывают через фильтр средней плотности и осадок промывают 6—8 раз горячим раствором соляной кислоты, разбавленной 1:6. Фильтр с осадком сжигают, прокаливают в течение 30 мин при 800 °С и сплавляют при 500—600 °С с пятикратным количеством пиросернокислого натрия. Плав растворяют в 100 см³ воды и 10 см³ соляной кислоты при нагревании. Соединяют фильтрат с полученным после сплавления раствором и определяют цирконий, как указано выше.

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot T_1 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

T_1 — титр раствора трилона Б, выраженный в г/см³ циркония;

m — масса навески сплава, г.

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

2.4.1; 2.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.5. Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли циркония от 0,05 до 1,5 % используют государственные стандартные образцы, отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерения проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Таблица 2

Массовая доля циркония, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,10	0,008
Св. 0,1 » 0,2	0,02
» 0,2 » 0,5	0,03
» 0,5 » 1,5	0,05

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли циркония, используя метод добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИРКОНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного соединения циркония с арсеназо III в среде 9 М соляной кислоты. Оптическая плотность растворов пропорциональна концентрации циркония в интервале 0,5—5 мкг в 25 $см^3$ раствора. Чувствительность реакции 0,15 мкг в 25 $см^3$. Оптическую плотность измеряют при 670 нм. Измерению мешают уран и торий.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр СФ-46, СФ-26 или колориметр КФК-2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 0,2 М и 9 М растворы.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фениларсоновая, 0,1 %-ный раствор.

Арсеназо III, 0,1 %-ный водный раствор.

Цирконий металлический или циркония (IV) хлорокись, 8-водная.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Стандартные растворы циркония.

Раствор А с концентрацией 1 мг/$см^3$ готовят из хлористого цирконила согласно п. 2.2 или из металлического циркония:

1 г циркония металлического помещают в стакан вместимостью 200 $см^3$, приливают 50 $см^3$ серной кислоты и добавляют 10 г сернокислого калия. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до появления густых паров серной кислоты. После полного растворения навески циркония содержимое стакана разбавляют водой, нагревают до кипения и осаждают цирконий аммиаком. Осадку дают скоагулировать, отфильтровывают, промывают водой с несколькими каплями аммиака.

Затем осадок на фильтре растворяют в соляной кислоте, разбавленной 1:1, и снова осаждают гидрооксид циркония аммиаком. Отфильтровывают и промывают как и в первом случае.

Осадок на фильтре растворяют в 34 $см^3$ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1 в стакан, где проводилось осаждение. Фильтр промывают несколько раз горячей водой. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, по охлаждении раствор доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг циркония.

Раствор Б: готовят разбавлением раствора А в 20 раз 0,2 М раствором соляной кислоты.

1 $см^3$ раствора Б содержит 5 мкг циркония.

Раствор В: готовят перед употреблением разбавлением раствора Б в 10 раз 0,2 М раствором соляной кислоты.

1 $см^3$ раствора В содержит 5 мкг циркония.

Титр стандартного раствора А устанавливают в соответствии с п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г (при массовой доле циркония до 0,0005 %) и 0,1 г (при массовой доле циркония от 0,0005 до 0,2 %) помещают в стакан вместимостью 100—150 $см^3$ и растворяют в 15 $см^3$ 9 М раствора соляной кислоты. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, добавляют в колбу 0,5 $см^3$ раствора арсеназо III и доливают до метки 9 М раствором соляной кислоты.

При массовой доле циркония в сплаве от 0,005 до 0,02 % колбу доливают до метки без добавления арсеназо III 9 М раствором соляной кислоты, аликвотную часть 5 $см^3$ переносят в другую колбу вместимостью 25 $см^3$, добавляют 0,5 $см^3$ раствора арсеназо III и доливают до метки той же кислотой.

Измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 670 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 3 см по отношению к воде.

Из полученных значений вычитают оптическую плотность контрольного раствора. Массовую долю циркония вычисляют по градуировочному графику.

3.3.1. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 100—150 $см^3$ вводят 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 и 1,0 $см^3$ раствора В, что соответствует 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 мкг циркония, добавляют 15 $см^3$ 9 М раствора соляной кислоты и кипятят 5—10 мин для разрушения полимеров циркония. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 25 $см^3$, добавляют 0,5 $см^3$ раствора арсеназо III и доливают до метки той же кислотой. Измеряют оптическую плотность растворов при 670 нм по отношению к воде, вычитая значение

оптической плотности контрольного раствора. По полученным значениям строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю циркония (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m_1 — масса циркония, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески сплава, г.

При определении 0,005—0,02 % циркония с использованием разбавления, полученный результат умножают на 5.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля циркония, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,00005 до 0,00025	0,00005
Св. 0,00025 » 0,00100	0,00020
» 0,001 » 0,005	0,0008
» 0,005 » 0,020	0,004

3.5. Контроль точности измерений

3.5.1. Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

Разд. 3. **(Измененная редакция, 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	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 3760—79	3.2	ГОСТ 25086—87	2.5
ГОСТ 4145—74	3.2	ТУ 6—09—5404—88	2.2
ГОСТ 4204—77	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