Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения калия

Magnesium alloys.
Method for determination of potassium

ГОСТ 3240.11—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения калия (при массовой доле калия от 0,002 до 0,02 %).

Метод основан на измерении интенсивности резонансной атомной линии калия 766,49 нм, возбуждающейся в ацетиленово-воздушном пламени. Для устранения эффекта частичного гашения эмиссии калия в присутствии основы сплава, а также кислот, применяющихся для разложения пробы, последние в соответствующих количествах вводят в градуировочные растворы.

При анализе сплавов, содержащих литий, в градуировочные растворы вводят литий в количестве, соответствующем его массовой доле в анализируемых образцах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный или спектрофотометр.

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

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

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517.

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, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют бидистиллированной водой до метки, перемешивают.

Калий хлористый, 0,1 М (0,1 н.) стандарт-титр (фиксанал).

Стандартные растворы калия.

Раствор А: 0,1 М раствор фиксанала хлористого калия переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор Б: 25,5 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г калия.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

Литий углекислый, х. ч.

Раствор лития 10 мг/см^3: 53,245 г предварительно высушенного при 100—105 °С до постоянной массы карбоната лития помещают в высокий стакан вместимостью 700—800 см^3, смачивают водой и постепенно подливают раствор соляной кислоты до просветления раствора. После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 2 г помещают в термостойкий стакан или коническую колбу вместимостью 300—400 см^3 и растворяют в 30 м соляной кислоты. При наличии в сплаве меди ее переводят в раствор добавлением нескольких капель азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 м. Сосуд, в котором проводилось растворение, ополаскивают двумя порциями бидистиллированной воды по 5 см^3 и промывные воды присоединяют к основному раствору. Смесь разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Полученный раствор вводят в распылитель фотометра и фиксируют величину эмиссии.

Все показания снимают при строго постоянном давлении ацетилена и воздуха. Во избежание ошибок при нестабильной работе прибора через каждые четыре пробы проверяют наклон градуировочного графика повторным фотометрированием одного из ранее проанализированных растворов.

При изменении оптической плотности более чем на 2 % анализ последних четырех проб повторяют.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 100 см^3 вводят по 40 см^3 раствора магния (при анализе сплавов, легированных литием, вводят раствор лития, объем которого вычисляют по формуле $V = 2\ C$, где C — массовая доля лития в пробе, %), добавляют 0; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0 и 10,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 и 1,00 мг калия. Растворы разбавляют водой до метки, перемешивают, вводят в распылитель и фотометрируют, как указано в п. 3.1. По результатам измерений интенсивности резонансной линии калия строят градуировочный график.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю калия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески сплава, г.

Массовая доля калия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,005	0,0007
Св. 0,005 » 0,010	0,001
» 0,01 » 0,02	0,002

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли калия от 0,002 до 0,02 % используют 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.

Контроль точности измерений массовой доли калия допускается проводить методом добавок.

Разд. 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 раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8.315—97	Разд. 5	ГОСТ 5457—75	Разд. 2
ГОСТ 804—93	Разд. 2	ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 14261—77	Разд. 2
ГОСТ 4517—87	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	Разд. 5

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