УДК 669.55 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения магния

Zinc alloys. Methods for the determination of magnesium

ГОСТ 25284.3—82

(СТ СЭВ 2931—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и комплексонометрический методы определения магния при массовой доле его от 0,005 до 0,1%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2931—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0—82.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и измерении атомной абсорбции магния в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота при длине волны 285,2 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для магния.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 1 : 1 и 2 н.

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

Лантана окись (La_2O_3) или лантан азотнокислый ($La(NO_3)_3 \times \times 6H_2O$).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Лантан, 6%-ный раствор: 7 г окиси лантана или 18 г азотнокислого лантана растворяют в воде с добавлением 5 см³ азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Магний металлический по ГОСТ 804—72.

Вода бидистиллированная.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,5000 г магния растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 30 см³ воды и 25 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг магния.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг магния.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,005 мг магния.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). После растворения добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают (раствор 1). При массовой доле магния до 0,02% отбирают 20 см³ раствора 1 в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора лантана, доливают водой до метки и перемешивают (раствор 2). При массовой доле магния свыше 0,02% отбирают 10 см³ раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора лантана и 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают (раствор 3).

Измеряют атомную абсорбцию магния в растворе 2 или 3 при длине волны 285,2 нм в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 2,0; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора В и 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию магния при длине волны 285,2 нм в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота

непосредственно перед и после измерения абсорбции магния в растворе анализируемой пробы. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям магния строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация магния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, соответствующая отобранной части раствора, г.

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

Массовая доля магния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01	0,0007
Св. 0,01 „ 0,02	0,0015
„ 0,02 „ 0,05	0,003
„ 0,05 „ 0,1	0,005

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, осаждении магния с гидроокисью железа и титровании раствором циклогексано-1,2-диаминотетрауксусной кислоты.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1 : 1 и 2 н.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы 10 н. и 1 н, свежеприготовленные.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 3%-ный раствор.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147—74, раствор: 35 г хлорного железа растворяют в 25 см³ соляной кислоты и доливают водой до объема 1000 см³.

Калий цианистый по ГОСТ 8465—79, 25%-ный раствор, свежеприготовленный.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Индикатор—метилтимоловый синий: 0,1 г индикатора тщательно растирают с 10 г азотнокислого калия.

Магний металлический по ГОСТ 804—72.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,5000 г магния растворяют в 30 см³ воды и 25 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг магния.

Раствор Б: 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг магния.

Кислота циклогексано-1,2-диаминотетрауксусная (комплексон IV), 0,01 М раствор: 3,64 г комплексона IV помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 100 см³ воды, содержащей 20 см³ 1 н. раствора гидроокиси натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Титр раствора устанавливают следующим способом: 20 см³ стандартного раствора Б помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 10 см³ соляной кислоты, 250 см³ воды, 100 см³ аммиака, около 0,1 г индикатора и титруют раствором комплексона IV до исчезновения голубой окраски. Одновременно проводят контрольный опыт.

Титр раствора комплексона IV (T), выраженный в граммах магния на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,002}{V_1 - V_2},$$

где 0,002 — масса магния, содержащаяся в 20 см³ стандартного раствора Б, г;

V_1 — объем раствора комплексона IV, израсходованный на титрование стандартного раствора Б, см³;

V_2 — объем раствора комплексона IV, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Вода бидистиллированная.

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 20 см³ соляной кислоты. После растворения добавляют 5 см³ азотной кислоты и кипятят 10 мин. Добав-

ляют 2 см³ раствора хлорного железа, 100 см³ 10 н. раствора гидроокиси натрия, а затем, тщательно перемешивая, 5 см³ раствора цианистого калия и 150 см³ воды. Раствор нагревают до кипения и выдерживают при температуре около 90°С в течение 30 мин. Осадок фильтруют через плотный фильтр и промывают горячим 1 н. раствором гидроокиси натрия, а затем дважды горячей водой. Осадок на фильтре растворяют в 40 см³ горячего 2 н. раствора соляной кислоты и промывают фильтр 100 см³ горячей воды. К раствору добавляют 1 см³ раствора перекиси водорода и по каплям аммиак до начала появления осадка гидроокиси железа и 4—5 капель в избыток. Раствор нагревают до кипения и продолжают нагревание в течение 5 мин. Затем фильтруют и промывают осадок 5 раз горячей водой. Фильтрат охлаждают, добавляют 100 см³ аммиака, 4 см³ раствора цианистого калия, около 0,1 г индикатора и титруют раствором комплексона IV до исчезновения голубой окраски.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot T}{m} \cdot 100,$$

где V — объем раствора комплексона IV, израсходованный на титрование раствора пробы, см³;

V_1 — объем раствора комплексона IV, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

T — титр раствора комплексона IV, выраженный в граммах магния на 1 см³ раствора;

m — масса навески пробы, г.

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

Изменение № 1 ГОСТ 25284.3—82 Сплавы цинковые. Методы определения магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «2 н. раствор» на «раствор 2 моль/дм^3», «10 н. раствор» на «раствор 10 моль/дм^3», «1 н. раствор» на «раствор 1 моль/дм^3».

Вводную часть дополнить абзацем: «Атомно-абсорбционный метод применяют при разногласии в оценке качества цинковых сплавов».

(Продолжение см. с. 164)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25284.3—82)

Пункт 2.2. Заменить значение: 2 н. на 2 моль/дм^3.

Пункт 2.4.1. Экспликация к формуле. Заменить слова: «V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см^3» на «V — объем раствора пробы, см^3».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,01 М раствор» на «раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм^3».

Пункт 3.3. Заменить слова: «плотный фильтр» на «фильтр синяя лента».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru