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 моноокиси 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 монооксиси 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 $\lambda_{max}$ = 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 см$^3$ раствора помещают в стакан, выпаривают на плите почти досуха, добавляют 40 см$^3$ 1 %-ного раствора соляной кислоты, доводят почти до кипения, прибавляют 30 см$^3$ 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 см$^3$.

**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 см$^3$ разбавленной соляной кислоты при нагревании.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. Если необходимо, часть раствора отфильтровывают, отбирают аликвотную часть 1 см$^3$ в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ и разбавляют водой до 30—40 см$^3$. К раствору приливают 2,0 см$^3$ раствора тиомочевины, затем выдерживают раствор 3—4 мин и добавляют 5 см$^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см$^3$ раствора фениларсоновой кислоты, после этого прибавляют 5—6 капель индикатора и нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до исчезновения розовой окраски. Затем приливают 5 см$^3$ арсеназо III, разбавляют водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при $\lambda_{max}$ = 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 см$^3$ вводят 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; 18,0 и 20,00 см$^3$ 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 см$^3$ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотные части по 1 см$^3$ в мерные колбы вместимостью по 100 см$^3$, разбавляют водой приблизительно до 20—30 см$^3$, добавляют 4 см$^3$ 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, см$^3$;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, см$^3$;

$m_1$ — 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