Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения кальция

Magnesium alloys.
Method for determination of calcium

ГОСТ 3240.7—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения кальция (при массовой доле кальция от 0,01 до 0,2 %).

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, добавлении раствора 8-оксихинолина для подавления гашения излучения кальция и измерении интенсивности молекулярной полосы окиси кальция, возбуждающейся в ацетиленово-воздушном пламени в области 622,3 нм. Высота фотометрируемого участка 3 см.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламени или спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, 10 %-ный раствор.

8-оксихинолин 5 %-ный раствор в уксусной кислоте.

Магний хлористый, раствор; готовят следующим образом: 100 г магния по ГОСТ 804 марки Мг1 растворяют в 1500 $см^3$ соляной кислоты и разбавляют водой до 2000 $см^3$.

1 $см^3$ раствора содержит 0,05 г магния.

Алюминий хлористый, раствор; готовят следующим образом: 100 г алюминия по ГОСТ 11069 марки А7 растворяют в 1600 $см^3$ соляной кислоты и разбавляют водой до 2000 $см^3$.

1 $см^3$ раствора содержит 0,05 г алюминия.

Кальций хлористый, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,140 г окиси кальция по ГОСТ 8677, прокаленной при 700 ± 10 °С до постоянной массы, растворяют в 25 $см^3$ соляной кислоты и разбавляют водой до 1000 $см^3$.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг кальция.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 1 г сплава помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, тщательно вымытую соляной кислотой и водой. Затем добавляют 15 $см^3$ воды, растворяют пробу в 15 $см^3$ соляной кислоты, вводят 50 $см^3$ раствора 8-оксихинолина, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой, тщательно перемешивают, вводят в распылитель фотометра и фотометрируют,

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

используя молекулярную полосу окиси кальция λ_{max} = 622,3 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массовую долю кальция находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см^3 вводят раствор хлористого алюминия, количество миллилитров которого рассчитывают по формуле $V_1 = 0{,}2 \cdot C$, где C — массовая доля алюминия в образцах в процентах, раствор хлористого магния в количестве $V_2 = (20 - V_1)$, а также 0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора кальция, что соответствует массовой доле кальция в пробах 0,0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1 и 0,2 %, добавляют 50 см^3 раствора 8-оксихинолина, разбавляют бидистиллированной водой до метки и фотометрируют, как указано в п. 3.1.

Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс массовую долю кальция в процентах, а на оси ординат — разность показаний прибора, полученных при фотометрировании растворов, содержащих кальций, и нулевого раствора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю кальция в процентах определяют по градуировочному графику.

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

Массовая доля кальция, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02	0,002
Св. 0,02 » 0,04	0,003
» 0,04 » 0,10	0,005
» 0,10 » 0,20	0,015

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли кальция от 0,01 до 0,2 % 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 кальция 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. ВЗАМЕН ГОСТ 3240—56 разд. IX в части определения содержания кальция

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 4517—87	Разд. 2
ГОСТ 61—75	Разд. 2	ГОСТ 5457—75	Разд. 2
ГОСТ 804—93	Разд. 2	ГОСТ 8677—76	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2	ГОСТ 11069—2001	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	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