Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения железа

Magnesium alloys.
Methods for determination of iron

ГОСТ 3240.20—76

Взамен ГОСТ 3240—56 в части разд. VII

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа (при массовой доле железа от 0,001 до 0,2 %) и атомно-абсорбционный метод определения железа (при массовой доле железа от 0,01 до 0,2 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

2.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении железа до двухвалентного гидроксиламином. Ионы двухвалентного железа образуют при pH 3,5—4,5 с ортофенантролином соединение, окрашенное в красный цвет. Интенсивность окраски измеряют при λ_{max} = 510 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Натрий пиросернокислый безводный по ТУ 6—09—5404.

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

Аммиак по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1, 1:5.

Ортофенантролин, 0,25 %-ный раствор.

Стандартные растворы железа

Раствор А; готовят следующим образом: 1 г металлического восстановленного железа растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг железа.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. При массовой доле железа до 0,01 %

Стружку перед взятием навески отмагничивают. Навеску сплава массой 0,5 г растворяют при нагревании в 20—25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. При наличии черного осадка элементарного циркония прибавляют по каплям азотную кислоту и кипятят до полного разложения осадка. Если осадок полностью не растворился, его необходимо отфильтровать на фильтр средней плотности, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, прокаливают при 500 °С, охлаждают, добавляют 3 г пиросернокислого натрия и сплавляют при 600 °С. Плав растворяют в воде, прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и присоединяют к основному фильтрату. К раствору прибавляют 5 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, нейтрализуют аммиаком, вначале разбавленным 1:1, а затем разбавленным 1:5, до сиреневого цвета бумаги «конго», прибавляют 20 см^3 раствора ортофенантролина, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Если в сплаве содержится цинк, то прибавляют 35—40 см^3 ортофенантролина.

Через 1 ч измеряют оптическую плотность окрашенных растворов при λ_{max} = 510 нм, пользуясь соответствующими кюветами. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Если в растворе нет азотной кислоты, то растворы можно фотометрировать на следующий день.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. При массовой доле железа свыше 0,01 %

Раствор сплава переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 5 см^3 солянокислого гидроксиламина, нейтрализуют как указано выше, прибавляют 20 см^3 раствора ортофенантролина, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют, как указано в п. 3.1. Массовую долю железа находят по градуировочному графику.

2.3.3. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью 100 см^3 вносят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 мг железа. В каждую колбу прибавляют по 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, по 25 см^3 воды, затем нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:5, до сиреневого цвета бумаги «конго», прибавляют по 20 см^3 ортофенантролина, разбавляют до метки водой, перемешивают и через 1 ч измеряют оптическую плотность окрашенных растворов.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий стандартного раствора железа.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям железа строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — количество железа, найденное по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески сплава, взятая для фотометрирования, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

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

2.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений массовой доли железа от 0,01 до 0,2 % проводят с использованием Государственного стандартного образца ГСО 3363.

Кроме того, используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, вновь выпущенные, а также отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,005	0,0005
Св. 0,005 » 0,010	0,001
» 0,010 » 0,030	0,003
» 0,03 » 0,08	0,005
» 0,08 » 0,20	0,01

Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомного поглощения по резонансной линии железа 249,3 нм в пламени смеси ацетилена с воздухом. Высота фотометрируемого участка пламени 2 см. Основа, компоненты и примеси в магниевых сплавах определению железа не мешают. Однако для идентифицирования условий распыления анализируемых и градуировочных растворов в последние вводят основу сплава (магний), а также соляную кислоту в соответствующих концентрациях.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Железо металлическое восстановленное.

Стандартный раствор железа

1 г железа помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ раствора соляной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г железа.

Магний первичный в чушках марки Мг95 по ГОСТ 804 в виде стружки.

Раствор магния 50 г/$дм^3$: 50 г магния растворяют в 800 $см^3$ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки, перемешивают.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Стружку перед взятием навески отмагничивают. Навеску сплава массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 300—400 $см^3$ и растворяют в 30 $см^3$ соляной кислоты. Для растворения меди окисляют раствор несколькими каплями азотной кислоты и переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Сосуд, в котором проводили растворение, ополаскивают двумя порциями дистиллированной воды по 20 $см^3$ и промывные воды присоединяют к основному раствору. Смесь разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают.

Растворы вводят в капилляр спектрофотометра и измеряют оптическую плотность пламени. 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.

Параллельно ведут анализ контрольной пробы.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ вводят по 20 $см^3$ раствора магния, из микробюретки добавляют 0; 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 $см^3$ стандартного раствора железа, что соответствует 0; 0,1; 0,25; 0,5; 1,0 и 2,0 мг железа, разбавляют водой до метки, перемешивают, раствор распыляют в пламя ацетилен — воздух и измеряют величину абсорбции железа. По результатам замера строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02	0,001
Св. 0,02 » 0,05	0,002
» 0,05 » 0,10	0,003
» 0,10 » 0,20	0,004

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — 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.

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. ВЗАМЕН ГОСТ 3240.27—76 в части разд. VII

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.5	ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 804—93	3.2	ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 25086—87	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ТУ 6—09—5404—88	2.2

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