Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения хлора

ГОСТ 3240.19—76

Magnesium alloys.
Method for determination of chlorine

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает турбидиметрический метод определения хлора (при массовой доле хлора от 0,002 до 0,01 %).

Метод основан на образовании мелкодисперсного золя хлорида серебра при взаимодействии ионов хлора с раствором нитрата серебра. Концентрацию ионов хлора измеряют по снижению интенсивности проходящего света при длине волны 400 нм. Определению ионов хлора мешает нерастворимый цирконий, который отделяют центрифугированием.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Кислота серная по ГОСТ 4204, приблизительно 25 %-ный раствор по массе; готовят следующим образом: 37 $см^3$ концентрированной кислоты разбавляют водой до 100 $см^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, очищенный от хлоридов; готовят следующим образом: 250 г сернокислого магния ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) растворяют в 600—700 $см^3$ воды, прибавляют 110 $см^3$ 1 %-ного раствора азотнокислого серебра и 50 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до (50±5) °С и дают отстояться в течение суток. Раствор фильтруют через плотный фильтр, предварительно промытый водой, собирая его в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор должен быть прозрачным.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 2 %-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Стандартные растворы хлора

Раствор А: 1,649 г хлористого натрия, высушенного до постоянной массы при 500 °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг хлора.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доливают до метки водой.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,02 мг хлора.

Центрифуга.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 воды и 20 см^3 серной кислоты порциями 1—2 см^3 до растворения. После растворения сплава раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. (В случае, если имеется осадок нерастворимого в серной кислоте циркония, раствор помещают в пробирку и центрифугируют. Раствор декантируют в мерную колбу вместимостью 50 см^3, пробирку ополаскивают не более 3 см^3 воды, центрифугируют, присоединяют к основному раствору). В мерные колбы прибавляют 2 см^3 раствора азотнокислого серебра и оставляют в темном месте на 15 мин. Затем раствор доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны 400 нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. Одновременно проводят контрольный опыт.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 приливают 20 см^3 25 %-ного раствора серной кислоты, затем проводят через все стадии анализа. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массовую долю хлора находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб вместимостью по 50 см^3 приливают из микробюретки стандартный раствор Б в количестве 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3, что соответствует: 0; $1 \cdot 10^{-5}$; $2 \cdot 10^{-5}$; $3 \cdot 10^{-5}$; $4 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-5}$; $6 \cdot 10^{-5}$; $8 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$ и $1{,}2 \cdot 10^{-4}$ г хлора. Приливают во все колбы по 16 см^3 раствора сернокислого магния, очищенного от хлора, 2 см^3 раствора азотнокислого серебра, оставляют на 15 мин в темном месте, затем разбавляют водой до метки и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям хлора строят градуировочный график.

3.1; 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю хлора (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля хлора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,005	0,001
Св. 0,005 » 0,01	0,002

4. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности измерений массовой доли хлора от 0,002 до 0,01 % проводят методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 4. **(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 1277—75	Разд. 2	ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 4523—77	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	Разд. 4
ГОСТ 4233—77	Разд. 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