Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения серебра

Magnesium alloys.
Methods for determination of silver

ГОСТ 3240.17—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения серебра (при массовой доле серебра от 0,5 до 2 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЕБРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании серебром с роданидом аммония труднорастворимой соли белого цвета. Первая лишняя капля раствора роданида аммония реагирует с железоаммонийными квасцами, образуя роданид железа красного цвета.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, 1:6.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Стандартный раствор серебра; готовят следующим образом: 3,146 г предварительно высушенного в сушильном шкафу при 150 °С до постоянной массы азотнокислого серебра растворяют в бидистиллированной воде, вводят 1 $см^3$ азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 2,0 мг серебра.

Железоаммонийные квасцы по ТУ 6—09—5359—87 раствор; готовят следующим образом: 3 г железоаммонийных квасцов и 2 $см^3$ серной кислоты растворяют в 100 $см^3$ воды.

Аммония роданид по ГОСТ 27067, 0,02 М раствор; готовят следующим образом: 1,52 г роданида аммония растворяют в 1000 $см^3$ воды. Титр раствора роданида аммония устанавливают по нитрату серебра.

Для этого 25 $см^3$ нитрата серебра помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ 3 %-ного раствора железоаммонийных квасцов и титруют раствором роданида аммония до начала изменения окраски (бледно-красного цвета).

Титр раствора роданида аммония (T), выраженный в г/$см^3$ серебра, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{v},$$

где m — количество нитрата серебра, взятое для титрования, г;

v — количество роданида аммония, израсходованное на титрование, $см^3$.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г растворяют в конической колбе вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:6 в 40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, не содержащей хлора, кипятят до удаления окислов азота, затем стенки колбы обмывают водой, охлаждают, прибавляют 5 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и титруют 0,02 М раствором роданида аммония до начала изменения окраски (бледно-красного цвета). Раствор сильно взбалтывают и, если окраска исчезнет, прибавляют еще по каплям титрованный раствор роданида аммония до появления устойчивой окраски.

2.2; 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{v \cdot T \cdot 100}{m},$$

где v — количество 0,02 н. раствора роданида аммония, затраченное на титрование, см^3;

m — масса навески сплава, г;

T — титр раствора роданида аммония, выраженный в г/см^3 серебра.

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

Таблица 1

Массовая доля серебра, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,5	0,05
Св. 0,5 до 1,0	0,1
» 1,0 » 2,0	0,2

2.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений массовой доли серебра от 0,5 до 2 % проводят методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЕБРА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции серебра при длине волны 328,8 нм в пламени ацетилен — воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Вода бидистиллированная, проверенная на отсутствие ионов хлора, полученная по ГОСТ 4517.

Разбавление всех растворов проводят только бидистиллированной водой.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч. или ч. д. а.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч., не содержащая ионов хлора.

Стандартные растворы азотнокислого серебра.

Раствор А; готовят следующим образом: 1,5730 г предварительно высушенного в сушильном шкафу при 150 °С до постоянной массы азотнокислого серебра растворяют в бидистиллированной воде, вводят 1 см^3 азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг серебра.

Раствор Б; готовят следующим образом: 50 см^3 раствора А отбирают в колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг серебра.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. 0,1 г пробы помещают в коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 100 см^3, предварительно промытую азотной кислотой и бидистиллированной водой до отрицательной реакции на хлор-ион. Затем промывают двумя порциями бидистиллированной воды по 20 см^3 каждая, растворяют в 10 см^3 азотной кислоты при слабом нагревании на плите, закрыв после добавления азотной кислоты колбу часовым стеклом во избежание преждевременного выпаривания азотной кислоты. По окончании растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Колбу, в которой

проводили растворение, ополаскивают 25 см^3 бидистиллированной воды и промывные воды присоединяют к основному раствору. Полученную смесь охлаждают, разбавляют бидистиллированной водой до метки, перемешивают и вводят в распылитель спектрофотометра.

Значение оптической плотности пламени откладывают на градуировочном графике. 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.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 см^3 вводят по 10 см^3 азотной кислоты; 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30 см^3 раствора Б, что соответствует: 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг серебра. Растворы разбавляют водой до метки, перемешивают, фотометрируют, как указано в п. 3.3.1, и строят градуировочный график.

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса серебра, найденная по градуировочному графику, г.

m — масса навески сплава, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серебра, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1,0	0,05
Св. 1,0 » 2,0	0,1

3.4.1; 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений по п. 2.5.1.

(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 1277—75	2.2, 3.2	ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 4233—77	2.2	ГОСТ 25086—87	2.5
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 27067—86	2.2
ГОСТ 4517—87	3.2	ТУ 6—09—5359—87	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