Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения меди

Magnesium alloys.
Methods for determination of copper

ГОСТ 3240.12—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди (при массовой доле меди от 0,001 до 0,8 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения меди с бисацетальдегид-оксалилдигидразидом при pH 7,8—9,8 и фотометрировании интенсивности окраски полученного комплексного соединения, окрашенного в фиолетовый цвет, при λ_{max} = 536 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Аммоний лимоннокислый по ТУ 6—09—01—766 однозамещенный, 40 %-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

Нейтральный красный, 0,01 %-ный спиртовой раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 20 %-ный раствор.

Буферный раствор с pH 9,9, готовят следующим образом: 500 $см^3$ раствора хлористого аммония смешивают с 500 $см^3$ аммиака, разбавленного 1:1.

Альдегид уксусный, раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 500 $см^3$ воды и медленно прибавляют из охлажденной под струей воды ампулы 400 $см^3$ уксусного альдегида, затем доливают водой до метки и перемешивают.

Оксалилдигидразид, 0,25 %-ный раствор.

Магний хлористый, раствор; готовят следующим образом: 210 г хлористого магния по ГОСТ 4209 растворяют в воде, фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 25 мг магния.

Медь марки М0 по ГОСТ 859.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

gost.e-ecolog.ru

Стандартные растворы меди

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г меди растворяют в азотной кислоте, разбавленной 1:1, удаляют окислы азота кипячением, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

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

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 20 см^3 соляной кислоты. К раствору добавляют 2—3 капли азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли меди отбирают для анализа в мерную колбу вместимостью 100 см^3 различные аликвотные части раствора, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Аликвотная часть раствора, см^3
От 0,001 до 0,02	25
Св. 0,02 » 0,16	10
» 0,16 » 0,8	2

Затем приливают 10 см^3 раствора лимоннокислого аммония, две капли нейтрального красного, нейтрализуют аммиаком до желтой окраски раствора, прибавляют 10 см^3 раствора уксусного альдегида и снова нейтрализуют до желтой окраски раствора.

Раствор тщательно перемешивают, прибавляют 20 см^3 буферного раствора, 20 см^3 раствора оксалилдигидразида, разбавляют до метки водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора λ_{max} = 536 нм, пользуясь соответствующими кюветами.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массовую долю меди находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

2.3.2.1. При массовой доле меди от 0,001 до 0,02 %

В девять мерных колб вместимостью по 100 см^3 вносят по 10 см^3 раствора хлористого магния и 0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; $2{,}5 \cdot 10^{-6}$; $5 \cdot 10^{-6}$; $1 \cdot 10^{-5}$; $2 \cdot 10^{-5}$; $3 \cdot 10^{-5}$; $4 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-5}$ и $6 \cdot 10^{-5}$ г меди. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.2.2. При массовой доле меди от 0,02 до 0,16 %

В девять мерных колб вместимостью по 100 см^3 вносят по 4 см^3 раствора хлористого магния, затем последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; $2 \cdot 10^{-5}$; $4 \cdot 10^{-5}$; $6 \cdot 10^{-5}$; $8 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $1{,}2 \cdot 10^{-4}$; $1{,}4 \cdot 10^{-4}$; $1{,}6 \cdot 10^{-4}$ г меди. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.2.3. При массовой доле меди от 0,16 до 0,8 %

В девять мерных колб вместимостью по 100 см^3 вводят по 1 см^3 раствора хлористого магния, затем последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; $2 \cdot 10^{-5}$; $4 \cdot 10^{-5}$; $6 \cdot 10^{-5}$; $8 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $1{,}2 \cdot 10^{-4}$; $1{,}4 \cdot 10^{-4}$; $1{,}6 \cdot 10^{-4}$ г меди. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1. По найденным значениям оптических плотностей строят градуировочные графики.

2.3.2.1—2.3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V_1 \cdot 100}{m_1 \cdot V_2},$$

где m — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем исходного раствора, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,003	0,0005	Св. 0,06 до 0,16	0,008
Св. 0,003 » 0,009	0,001	» 0,16 » 0,4	0,03
» 0,009 » 0,020	0,003	» 0,4 » 0,8	0,05
» 0,02 » 0,06	0,005		

2.5. Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли меди от 0,001 до 0,8 % 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 меди методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,7 нм в пламени ацетилен — воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч., разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч., разбавленная 1:1.

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 марки Мг96 в виде стружки.

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

Медь металлическая по ГОСТ 859 в виде стружки.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 1 г меди растворяют в 50 см^3 раствора азотной кислоты при осторожном нагревании. По окончании растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г меди.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3, осторожно растворяют в 30—35 см^3 раствора соляной кислоты, добавляют 5—10 капель азотной кислоты, кипятят для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При массовой доле меди от 0,1 до 0,5 % аликвотную часть раствора 10 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливат водой до метки и перемешивают. Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

Измеряют атомную абсорбцию меди в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика на атомно-абсорбционном спектрофотометре относительно воды при длине волны 324,7 нм в пламени ацетилен — воздух.

Массовую долю меди в пробе и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика при массовой доле меди от 0,001 до 0,1 % в серию

мерных колб вместимостью 50 см^3 вводят по 40 см^3 раствора магния, 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 см^3 раствора Б и 1,0; 2,0 см^3 раствора А, что соответствует 0; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,50; 1,0 и 2,0 мг меди, разбавляют водой до метки и перемешивают.

При массовой доле меди от 0,1 до 0,5 % в другую серию мерных колб вместимостью 50 см^3 вводят 8 см^3 раствора магния, а также 0; 4,0; 10,0; 20,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,4; 1,0 и 2,0 мг меди, разбавляют водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию меди согласно п. 3.3.1.

Из полученных значений атомной абсорбции растворов строят градуировочный график.

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

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, взятая для спектрофотометрирования, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0010 до 0,0025	0,0001	Св. 0,05 до 0,15	0,005
Св. 0,0025 » 0,0070	0,0003	» 0,15 » 0,30	0,007
» 0,007 » 0,020	0,0005	» 0,3 » 0,5	0,01
» 0,02 » 0,05	0,0015		

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

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—56 в части разд. III

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 4461—77	2.2
ГОСТ 804—93	3.2	ГОСТ 4517—87	3.2
ГОСТ 859—2001	2.2, 3.2	ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 5962—67	2.2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 14261—77	3.2
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 25086—87	2.5
ГОСТ 4209—77	2.2	ТУ 6—09—01—766—89	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