ГОСТ 25284.3—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

Издание официальное

БЗ 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); Межгосударственным техническим комитетом МТК 107

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 МГС от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1997 г. № 204 межгосударственный стандарт ГОСТ 25284.3—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.3—82

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения магния

Zinc alloys.
Methods for determination of magnesium

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает атомно-абсорбционный (при массовой доле магния от 0,005 до 0,1 %) и комплексонометрические (при массовой доле магния от 0,01 до 0,1 % и от 0,03 до 0,06 %) методы определения магния в пробах этих сплавов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4217—77 Калий азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 8465—79 Калий цианистый технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 8864—71 Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа - по ГОСТ 25284.0.

4 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции магния в пламени ацетилен-воздух или ацетилен-диоксид азота при длине волны 285,21 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1 и раствор 2 моль/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Лантана оксид или лантана нитрат по нормативной документации.

Лантан, раствор 60 г/дм^3.

Навеску оксида лантана массой 7 г или нитрата лантана массой 18,7 г растворяют в воде с добавлением 5 см^3 азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Магний металлический по ГОСТ 804.

Вода бидистиллированная.

Стандартные растворы магния

Раствор А: 0,5 г магния помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 30 см^3 воды и 25 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), полученный раствор магния охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г магния.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляет 10 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00005 г магния.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1). По окончании бурной реакции растворения добавляют 5 см^3 пероксида водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают.

4.3.2 При массовой доле магния менее 0,02 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 раствора лантана, доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.3 При массовой доле магния свыше 0,02 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

20 см^3 полученного раствора помешают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 20 см^3 раствора лантана и 10 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.4 Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор, в который не введен магний, служит раствором контрольного опыта.

4.3.5 Растворы пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-воздух или ацетилен-диоксид азота и измеряют атомную абсорбцию магния при длине волны 285,21 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям магния строят градуировочный график в координатах: значение атомной абсорбции — массовая концентрация магния, г/см^3.

Массовую концентрацию магния в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю магния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация магния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

c_2 — массовая концентрация магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V=100 — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы или масса навески в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

4.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля магния	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений магния	результатов анализа магния
От 0,005 до 0,01 включ.	0,0006	0,0012
Св. 0,01 » 0,02 »	0,0013	0,0026
» 0,02 » 0,05 »	0,0025	0,005
» 0,05 » 0,1 »	0,004	0,008

5 КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С КОМПЛЕКСОНОМ IV (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МАГНИЯ ОТ 0,01 до 0,1 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, отделении магния с применением гидроксида железа (III) и комплексонометрическом титровании раствором циклогексано-1,2-диаминотетрауксусной кислоты (комплексоном IV).

5.2 Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 5 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы 400 г/дм^3 и 40 г/дм^3, свежеприготовленные.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, разбавленный 1 : 10.

Калия цианид по ГОСТ 8465, раствор 250 г/дм^3, свежеприготовленный, или тетраэтиленпентамин (тетрен) по нормативной документации, разбавленный 1 : 3.

Железа (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор: 35 г реактива растворяют в 25 см^3 соляной кислоты и доливают водой до 1 дм^3.

Калия нитрат по ГОСТ 4217.

Метиловый синий, твердая смесь: 0,1 г метилового синего тщательно растирают с 10 г нитрата калия.

Магний металлический по ГОСТ 804.

Стандартные растворы магния

Раствор А: 1 г магния помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ воды и 25 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: 25 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Кислота циклогексано-1,2-диаминотетрауксусная (комплексон IV), раствор 0,01 моль/$дм^3$: 3,64 г комплексона IV растворяют в 100 $см^3$ воды, содержащей 20 $см^3$ раствора (40 г/$дм^3$) гидроксида натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию комплексона IV устанавливают следующим образом: 20 $см^3$ стандартного раствора Б помещают в стакан вместимостью 600 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты, 250 $см^3$ воды, 100 $см^3$ аммиака, твердую смесь индикатора на кончике шпателя (около 0,1 г) и титруют раствором комплексона IV до исчезновения синей окраски.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт без использования стандартного раствора магния.

Массовую концентрацию (T, г/$см^3$) раствора комплексона IV, выраженную в граммах магния на 1 $см^3$ раствора, рассчитывают по формуле

$$T = \frac{0{,}002}{V_1 - V_2}, \qquad (2)$$

где 0,002 — масса магния, содержащаяся в 20 $см^3$ стандартного раствора Б, г;

V_1 — объем раствора комплексона IV, израсходованного на титрование стандартного раствора магния, $см^3$;

V_2 — объем раствора комплексона IV, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, $см^3$.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску сплава массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ соляной кислоты. После прекращения реакции растворения добавляют 5 $см^3$ азотной кислоты и кипятят 10 мин.

5.3.2 К раствору прибавляют 2 см^3 раствора хлорида железа малыми порциями, 100 см^3 раствора (400 г/дм^3) гидроксида натрия, тщательно перемешивая. Продолжая перемешивать, добавляют 5 см^3 раствора цианида калия или 20 см^3 раствора тетрена и 150 см^3 воды. Доводят раствор до кипения и оставляют в горячем состоянии в течение 30 мин для коагуляции гидроксидов железа и магния.

Раствор с осадком фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», осадок на фильтре и стенки стакана, в котором вели осаждение, промывают горячим раствором (40 г/см^3) гидроксида натрия, а затем дважды — горячей водой.

Осадок на фильтре растворяют в 40 см^3 горячего раствора соляной кислоты (1 : 5). Промывают фильтр 100 см^3 горячей воды, собирая раствор и промывные воды в стакан,в котором проводили осаждение.

К раствору добавляют 1 см^3 пероксида водорода и аммиак по каплям до тех пор, пока не начнется осаждение гидроксида железа, и еще 4—5 капель в избыток.

Раствор нагревают до кипения и продолжают нагревание еще 5 мин. Осадок отфильтровывают, собирая фильтрат в стакан вместимостью 600 см^3, и промывают 5 раз горячей водой.

Фильтрат охлаждают, добавляют 100 см^3 аммиака, 4 см^3 раствора цианида калия или 15 см^3 раствора тетрена, твердой смеси индикатора на кончике шпателя и титруют раствором комплексона IV до исчезновения голубой окраски.

5.3.3 Одновременно с анализом пробы проводят контрольный опыт. Для этого в стакан вместимостью 400 см^3, накрытый часовым стеклом, помещают 20 см^3 соляной кислоты и 5 см^3 азотной кислоты. Кипятят 10 мин и поступают далее, как указано в 5.3.2.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю магния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где V — объем раствора комплексона IV, израсходованного на титрование раствора пробы, см^3;

V_1 — объем раствора комплексона IV, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

T — массовая концентрация комплексона IV, выраженная в граммах магния на 1 см^3 раствора, г/см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

6 КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ НАТРИЯ (при массовой доле магния от 0,03 до 0,06 %)

6.1 Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании магния трилоном Б в щелочной среде с предварительным отделением мешающих компонентов.

6.2 Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы 300 г/дм^3 и 20 г/дм^3, свежеприготовленные.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 50.

Железа (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор: 25 г реактива растворяют в 25 см^3 соляной кислоты и доливают водой до 1 дм^3.

Аммония хлорид по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм^3.

Натрия хлорид по ГОСТ 4233.

Эриохром черный Т.

Индикаторная смесь: 0,1 г индикатора эриохрома черного Т тщательно растирают с 10 г хлорида натрия.

Буферный раствор с pH 10: 70 г хлорида аммония растворяют примерно в 150 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают 750 см^3 аммиака, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор 100 г/дм^3.

Бумага индикаторная универсальная.

Магний металлический, чистотой не менее 99,99 % по ГОСТ 804.

Стандартный раствор магния: 1 г магния помещают в высокий стакан вместимостью 400 см^3, добавляют примерно 200 см^3 воды и 30 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), накрывают стакан часовым стеклом. После растворения раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. 50 см^3 раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 6 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г магния.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,01 М раствор: 3,723 г трилона Б растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Для установления массовой концентрации раствора трилона Б 25 см^3 стандартного раствора магния помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3. Добавляют примерно 110 см^3 воды, 10 см^3 раствора хлорида аммония и устанавливают pH раствора 8—9, добавляя аммиак. Раствор нагревают до температуры 40—60 °С, добавляют 10 см^3 буферного раствора и 0,2—0,3 г индикаторной смеси. Затем раствор титруют раствором трилона Б до перехода красной окраски в синюю.

Массовую концентрацию (T, г/дм^3) раствора трилона Б, выраженную в граммах магния в 1 см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \qquad (4)$$

где m — масса магния в титруемом стандартном растворе, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см^3.

6.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г растворяют в 50 см^3 раствора серной кислоты (1 : 9), отфильтровывают нерастворившуюся медь и промывают ее на фильтре 3 раза горячей водой. К холодному фильтрату приливают 1 см^3 раствора хлорида железа и при постоянном перемешивании постепенно вносят 60 см^3 раствора (300 г/дм^3) гидроксида натрия.

Через 10 мин отделяют смесь гидроксидов железа и магния фильтрованием через неплотный фильтр, в который помещено небольшое количество бумажной массы, приготовленной из беззольного фильтра. Колбу и осадок на фильтре промывают 2 раза холодным раствором (20 г/дм^3) гидроксида натрия. Фильтр с осадком переносят в колбу, в которой проводилось осаждение, и растворяют осадок в 20—25 см^3 горячей соляной кислоты (1 : 4), разрывая фильтр стеклянной палочкой. Затем прибавляют аммиак до полного осаждения железа, нагревают до выделения осадка и фильтруют через фильтр средней плотности, промывают осадок 5 раз водой, содержащей небольшое количество аммиака. В фильтрате устанавливают pH 4, добавляют 25 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, смесь ос-

тавляют на 10—15 мин для коагуляции, затем отфильтровывают осадок через двойной фильтр с небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок промывают 4 раза водой, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ воды, 20 $см^3$ буферного раствора, 10 $см^3$ аммиака, 0,05—0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в синюю. Титрование ведут сразу же после добавления индикатора, чтобы избежать частичного разложения. Одновременно проводят анализ раствора контрольного опыта.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю магния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot (V_1 - V_2)}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

где T — массовая концентрация трилона Б, выраженная в граммах магния на 1 $см^3$ раствора, $г/см^3$;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование раствора пробы, $см^3$;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

6.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

УДК 669.55:543.06:006.354 МКС 71.040.40 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинковые сплавы, магний, атомно-абсорбционный метод, длина волны, комплексонометрический метод, комплексон IV, трилон Б

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.09.97. Подписано в печать 12.11.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,63. Тираж 317 экз. С1007. Зак. 733.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru