

**СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ****Метод определения хлора**Magnesium alloys.  
Method for determination of chlorine**ГОСТ**  
**3240.19—76**МКС 77.120.20  
ОКСТУ 1709Дата 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<sup>3</sup> концентрированной кислоты разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, очищенный от хлоридов; готовят следующим образом: 250 г сернокислого магния ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) растворяют в 600—700 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 110 см<sup>3</sup> 1 %-ного раствора азотнокислого серебра и 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$  и дают отстояться в течение суток. Раствор фильтруют через плотный фильтр, предварительно промытый водой, собирая его в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг хлора.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,02 мг хлора.

Центрифуга.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> воды и 20 см<sup>3</sup> серной кислоты порциями 1—2 см<sup>3</sup> до растворения. После растворения сплава раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, пробирку ополаскивают не более 3 см<sup>3</sup> воды, центрифугируют, присоединяют к основному раствору). В мерные колбы прибавляют 2 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> приливают 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, что соответствует: 0; 1 · 10<sup>-5</sup>; 2 · 10<sup>-5</sup>; 3 · 10<sup>-5</sup>; 4 · 10<sup>-5</sup>; 5 · 10<sup>-5</sup>; 6 · 10<sup>-5</sup>; 8 · 10<sup>-5</sup>; 1 · 10<sup>-4</sup> и 1,2 · 10<sup>-4</sup> г хлора. Приливают во все колбы по 16 см<sup>3</sup> раствора сернокислого магния, очищенного от хлора, 2 см<sup>3</sup> 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

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

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

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 допустимые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

### 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)