

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения магния

Zinc alloys. Methods for the determination
of magnesium

ГОСТ
25284.3—82

[СТ СЭВ 2931—81]

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и комплексонометрический методы определения магния при массовой доле его от 0,005 до 0,1%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2931—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0—82.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и измерении атомной абсорбции магния в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота при длине волны 285,2 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для магния.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 1:1 и 2 н.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Лантана окись (La_2O_3) или лантан азотнокислый ($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$).



Лантан, 6%-ный раствор: 7 г окиси лантана или 18 г азотно-кислого лантана растворяют в воде с добавлением 5 см³ азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Магний металлический по ГОСТ 804—72.

Вода бидистиллированная.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,5000 г магния растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 30 см³ воды и 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1), раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг магния.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг магния.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,005 мг магния.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1:1). После растворения добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают (раствор 1). При массовой доле магния до 0,02% отбирают 20 см³ раствора 1 в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора лантана, доливают водой до метки и перемешивают (раствор 2). При массовой доле магния свыше 0,02% отбирают 10 см³ раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора лантана и 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают (раствор 3).

Измеряют атомную абсорбцию магния в растворе 2 или 3 при длине волны 285,2 нм в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 2,0; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора В и 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию магния при длине волны 285,2 нм в пламени ацетилен—воздух или ацетилен—закись азота

непосредственно перед и после измерения абсорбции магния в растворе анализируемой пробы. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям магния строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация магния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, соответствующая отобранной части раствора, г.

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

Массовая доля магния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01	0,0007
Св. 0,01 " 0,02	0,0015
" 0,02 " 0,05	0,003
" 0,05 " 0,1	0,005

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, осаждении магния с гидроксидом железа и титровании раствором циклогексано-1,2-диаминотетрауксусной кислоты.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 2 н.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, растворы 10 н. и 1 н., свежеприготовленные.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 3%-ный раствор.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147—74, раствор: 35 г хлорного железа растворяют в 25 см³ соляной кислоты и доливают водой до объема 1000 см³.

Калий цианистый по ГОСТ 8465—79, 25%-ный раствор, свежеприготовленный.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Индикатор—метилтимоловый синий: 0,1 г индикатора тщательно растирают с 10 г азотнокислого калия.

Магний металлический по ГОСТ 804—72.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,5000 г магния растворяют в 30 см³ воды и 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг магния.

Раствор Б: 50 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг магния.

Кислота циклогексано-1,2-диаминотетрауксусная (комплексон IV), 0,01 М раствор: 3,64 г комплексона IV помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 100 см³ воды, содержащей 20 см³ 1 н. раствора гидроокиси натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Титр раствора устанавливают следующим способом: 20 см³ стандартного раствора Б помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 10 см³ соляной кислоты, 250 см³ воды, 100 см³ аммиака, около 0,1 г индикатора и титруют раствором комплексона IV до исчезновения голубой окраски. Одновременно проводят контрольный опыт.

Титр раствора комплексона IV (T), выраженный в граммах магния на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,002}{V_1 - V_2},$$

где 0,002 — масса магния, содержащаяся в 20 см³ стандартного раствора Б, г;

V_1 — объем раствора комплексона IV, израсходованный на титрование стандартного раствора Б, см³;

V_2 — объем раствора комплексона IV, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Вода бидистиллированная.

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 5,0 г помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 20 см³ соляной кислоты. После растворения добавляют 5 см³ азотной кислоты и кипятят 10 мин. Добав-

ляют 2 см³ раствора хлорного железа, 100 см³ 10 н. раствора гидроокиси натрия, а затем, тщательно перемешивая, 5 см³ раствора цианистого калия и 150 см³ воды. Раствор нагревают до кипения и выдерживают при температуре около 90°C в течение 30 мин. Осадок фильтруют через плотный фильтр и промывают горячим 1 н. раствором гидроокиси натрия, а затем дважды горячей водой. Осадок на фильтре растворяют в 40 см³ горячего 2 н. раствора соляной кислоты и промывают фильтр 100 см³ горячей воды. К раствору добавляют 1 см³ раствора перекиси водорода и по каплям аммиак до начала появления осадка гидроокиси железа и 4—5 капель в избыток. Раствор нагревают до кипения и продолжают нагревание в течение 5 мин. Затем фильтруют и промывают осадок 5 раз горячей водой. Фильтрат охлаждают, добавляют 100 см³ аммиака, 4 см³ раствора цианистого калия, около 0,1 г индикатора и титруют раствором комплексона IV до исчезновения голубой окраски.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot T}{m} \cdot 100,$$

где V — объем раствора комплексона IV, израсходованный на титрование раствора пробы, см³;

V_1 — объем раствора комплексона IV, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

T — титр раствора комплексона IV, выраженный в граммах магния на 1 см³ раствора;

m — масса навески пробы, г.

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

Изменение № 1 ГОСТ 25284.3—82 Сплавы цинковые. Методы определения магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «2 н. раствор» на «раствор 2 моль/дм³», «10 н. раствор» на «раствор 10 моль/дм³», «1 н. раствор» на «раствор 1 моль/дм³».

Вводную часть дополнить абзацем: «Атомно-абсорбционный метод применяют при разногласии в оценке качества цинковых сплавов».

(Продолжение см. с. 164)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25284.3—82)

Пункт 2.2. Заменить значение: 2 н. на 2 моль/дм³.

Пункт 2.4.1. Экспликация к формуле. Заменить слова: « V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см³» на « V — объем раствора пробы, см³».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,01 М раствор» на «раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³».

Пункт 3.3. Заменить слова: «плотный фильтр» на «фильтр синяя лента».

(ИУС № 11 1987 г.)