

ГОСТ 25284.3—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

Издание официальное

БЗ 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

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 Беларусь Республика Молдова Российская Федерация Украина	Госстандарт Белоруссии Молдовастандарт Госстандарт России 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

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 25284.3—95

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/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Лантана оксид или лантана нитрат по нормативной документации.

Лантан, раствор 60 г/дм³.

Навеску оксида лантана массой 7 г или нитрата лантана массой 18,7 г 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.

Вода бидистиллированная.

Стандартные растворы магния

Раствор А: 0,5 г магния помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 30 см³ воды и 25 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), полученный раствор магния охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г магния.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г магния.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). По окончании бурной реакции растворения добавляют 5 см³ 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 см³, приливают 20 см³ 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 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

20 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора лантана и 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.4 Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см³ раствора (2 моль/дм³) 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/см³.

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

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

где c_1 — массовая концентрация магния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

ГОСТ 25284.3—95

c_2 — массовая концентрация магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;
 $V=100$ — объем раствора пробы, см³;
 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 КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С КОМПЛЕКСОМ 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 комплексометрическом 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/дм³ и 40 г/дм³, свежеприготовленные.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, разбавленный 1 : 10.

Калия цианид по ГОСТ 8465, раствор 250 г/дм³, 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 см³ соляной кислоты и доливают водой до 1 дм³.

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 см³, добавляют 30 см³ воды и 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г магния.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г магния.

Кислота циклогексано-1,2-диаминотетрауксусная (комплексон IV), раствор 0,01 моль/дм³ : 3,64 г комплексона IV растворяют в 100 см³ воды, содержащей 20 см³ раствора (40 г/дм³) гидроксида натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию комплексона IV устанавливают следующим образом: 20 см³ стандартного раствора Б помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 10 см³ соляной кислоты, 250 см³ воды, 100 см³ 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/см³) раствора комплексона IV, выраженную в граммах магния на 1 см³ раствора, рассчитывают по формуле

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

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

V_1 — объем раствора комплексона IV, израсходованного на титрование стандартного раствора магния, см³;

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

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску сплава массой 5 г помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты. После прекращения реакции растворения добавляют 5 см³ азотной кислоты и кипятят 10 мин.

5.3.2 К раствору прибавляют 2 см³ раствора хлорида железа малыми порциями, 100 см³ раствора (400 г/дм³) гидроксида натрия, тщательно перемешивая. Продолжая перемешивать, добавляют 5 см³ раствора цианида калия или 20 см³ раствора тетрена и 150 см³ 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/см³) гидроксида натрия, а затем дважды — горячей водой.

Осадок на фильтре растворяют в 40 см³ горячего раствора соляной кислоты (1 : 5). Промывают фильтр 100 см³ горячей воды, собирая раствор и промывные воды в стакан, в котором проводили осаждение.

К раствору добавляют 1 см³ 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 см³, и промывают 5 раз горячей водой.

Фильтрат охлаждают, добавляют 100 см³ аммиака, 4 см³ раствора цианида калия или 15 см³ 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 см³, накрытый часовым стеклом, помещают 20 см³ соляной кислоты и 5 см³ 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

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

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

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

T — массовая концентрация комплексона IV, выраженная в граммах магния на 1 см³ раствора, г/см³;

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/дм³ и 20 г/дм³, свежеприготовленные.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 50.

Железа (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор: 25 г реактива растворяют в 25 см³ соляной кислоты и доливают водой до 1 дм³.

Аммония хлорид по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм³.

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 рН 10: 70 г хлорида аммония растворяют примерно в 150 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают 750 см³ аммиака, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полистиленовой посуде.

Натрия диэтилдителиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор 100 г/дм³.

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 см³, добавляют примерно 200 см³ воды и 30 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), накрывают стакан часовым стеклом. После растворения раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. 50 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 6 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Для установления массовой концентрации раствора трилона Б 25 см³ стандартного раствора магния помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³. Добавляют примерно 110 см³ воды, 10 см³ раствора хлорида аммония и устанавливают рН раствора 8—9, добавляя аммиак. Раствор нагревают до температуры 40—60 °С, добавляют 10 см³ 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/дм³) раствора трилона Б, выраженную в граммах магния в 1 см³, вычисляют по формуле

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

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

V — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см³.

6.3 Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты (1 : 9), отфильтровывают нерастворившуюся медь и промывают ее на фильтре 3 раза горячей водой. К холодному фильтрату приливают 1 см³ раствора хлорида железа и при постоянном перемешивании постепенно вносят 60 см³ раствора (300 г/дм³) 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/дм³) гидроксида натрия. Фильтр с осадком переносят в колбу, в которой проводилось осаждение, и растворяют осадок в 20—25 см³ 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 рН 4, добавляют 25 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, смесь ос-

тавляют на 10—15 мин для коагуляции, затем отфильтровывают осадок через двойной фильтр с небольшим количеством фильтровальной массы. Осадок промывают 4 раза водой, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 100 см³ воды, 20 см³ буферного раствора, 10 см³ 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

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

где T — массовая концентрация трилона Б, выраженная в граммах магния на 1 см³ раствора, г/см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование раствора пробы, см³;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, см³;

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.

ГОСТ 25284.3—95

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.
Пар № 080102