

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения меди

Magnesium alloys.
Methods for determination of copper

ГОСТ
3240.12-76

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.78
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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—76.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

2.1. Сущность метода

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Аммоний лимоннокислый по ГОСТ 7234—79, однозамещенный.
40%-ный раствор.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 20%-ный раствор.

Буферный раствор с рН 9,9, готовят следующим образом: 500 см³ раствора хлористого аммония смешивают с 500 см³ аммиака, разбавленного 1:1.

Альдегид уксусный, раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 500 см³ воды и медленно прибавляют из охлажденной под струей воды ампулы 400 см³ 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—77 растворяют в воде, фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 25 мг магния.

Медь марки М0 по ГОСТ 859—78.

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 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 20 см³ соляной кислоты. К раствору добавляют 2—3 капли азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли меди отбирают для анализа в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 см³ раствора лимоннокислого аммония, две капли нейтрального красного, нейтрализуют аммиаком до желтой окраски раствора, прибавляют 10 см³ раствора уксусного альдегида и снова нейтрализуют до желтой окраски раствора.

Раствор тщательно перемешивают, прибавляют 20 см³ буферного раствора, 20 см³ раствора оксалилдигидразида, разбавляют до метки водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при $\lambda_{\max} = 536$ 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 см³ вносят по 10 см³ раствора хлористого магния и 0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 2,5·10⁻⁶; 5·10⁻⁶; 1·10⁻⁵; 2·10⁻⁵; 3·10⁻⁵; 4·10⁻⁵; 5·10⁻⁵ и 6·10⁻⁵ 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 см³ вносят по 4 см³ раствора хлористого магния, затем последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 2·10⁻⁵; 4·10⁻⁵; 6·10⁻⁵; 8·10⁻⁵; 1·10⁻⁴; 1,2·10⁻⁴; 1,4·10⁻⁴; 1,6·10⁻⁴ 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 см³ вводят по 1 см³ раствора хлористого магния, затем последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 2·10⁻⁵; 4·10⁻⁵; 6·10⁻⁵; 8·10⁻⁵; 1·10⁻⁴; 1,2·10⁻⁴; 1,4·10⁻⁴; 1,6·10⁻⁴ 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 меди (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, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

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, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|-----------------------|---------------------------------------|
| От 0,001 до 0,003 | 0,0005 |
| Св. 0,003 » 0,009 | 0,001 |
| » 0,009 » 0,020 | 0,003 |
| » 0,02 » 0,06 | 0,005 |
| » 0,06 » 0,16 | 0,008 |
| » 0,16 » 0,4 | 0,03 |
| » 0,4 » 0,8 | 0,05 |

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—78. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086—87.

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—84, ос. ч., разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос. ч., разбавленная 1:1.

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517—87.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804—72 марки Mg96 в виде стружки.

Раствор магния 50 г/дм³: 50 г магния растворяют в 800 см³ раствора соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Медь металлическая по ГОСТ 859—78 в виде стружки.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 1 г меди растворяют в 50 см³ раствора азотной кис-

лоты при осторожном нагревании. По окончании растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г меди.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

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 см³, осторожно растворяют в 30—35 см³ раствора соляной кислоты, добавляют 5—10 капель азотной кислоты, кипятят для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

При массовой доле меди от 0,1 до 0,5% аликвотную часть раствора 10 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают 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 см³ вводят по 40 см³ раствора магния, 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 см³ раствора Б и 1,0; 2,0 см³ 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 см³ вводят 8 см³ раствора магния, а также 0; 4,0; 10,0; 20,0 см³ 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, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|-----------------------|---------------------------------------|
| От 0,0010 до 0,0025 | 0,0001 |
| Св. 0,0025 » 0,0070 | 0,0003 |
| » 0,007 » 0,020 | 0,0005 |
| » 0,02 » 0,05 | 0,0015 |
| » 0,05 » 0,15 | 0,005 |
| » 0,15 » 0,30 | 0,007 |
| » 0,3 » 0,5 | 0,01 |

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Канаев, В. А. Коренева, Т. Е. Заборенко, С. Н. Пинаева, М. Ф. Свиридова

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 |
|---|--------------|
| ГОСТ 804—72 | 3.2 |
| ГОСТ 859—78 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2 |
| ГОСТ 3240.0—76 | 1.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2 |
| ГОСТ 3773—72 | 2.2 |
| ГОСТ 4209—67 | 2.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2 |
| ГОСТ 4517—87 | 3.2 |
| ГОСТ 5457—75 | 3.2 |
| ГОСТ 5962—67 | 2.2 |
| ГОСТ 7234—79 | 2.2 |
| ГОСТ 11125—84 | 3.2 |
| ГОСТ 14261—77 | 3.2 |
| ГОСТ 25086—87 | 2.5 |
| ГОСТ 8.315—78 | 2.5 |

5. Срок действия продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 30.06.87 № 3009

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87).