

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ**Метод определения калия**

Magnesium alloys.
Method for determination of potassium

**ГОСТ
3240.11-76**

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.78
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения калия (при массовой доле калия от 0,002 до 0,02 %).

Метод основан на измерении интенсивности резонансной атомной линии калия 766,49 нм, возбуждающейся в ацетиленово-воздушном пламени. Для устранения эффекта частичного гашения эмиссии калия в присутствии основы сплава, а также кислот, применяющихся для разложения пробы, последние в соответствующих количествах вводят в градуировочные растворы.

При анализе сплавов, содержащих литий, в градуировочные растворы вводят литий в количестве соответствующем его массовой доле в анализируемых образцах.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 3240.0—76.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный или спектрофотометр.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, разбавленная 1:1.

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517—87.

★

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804—72 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 бидистиллированной водой до метки, перемешивают.

Калий хлористый, 0,1 М (0,1 н.) стандарт-титр (фиксанал).
Стандартные растворы калия.

Раствор А: 0,1 М раствор фиксанала хлористого калия переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор Б: 25,5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г калия.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Литий углекислый, х. ч.

Раствор лития 10 мг/см³: 53,245 г предварительно высушенного при 100—105°C до постоянной массы карбоната лития помещают в высокий стакан вместимостью 700—800 см³, смачивают водой и постепенно подливают раствор соляной кислоты до просветления раствора. После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 2 г помещают в термостойкий стакан или коническую колбу вместимостью 300—400 см³ и растворяют в 30 м соляной кислоты. При наличии в сплаве меди ее переводят в раствор добавлением нескольких капель азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 м. Сосуд, в котором проводилось растворение, ополаскивают двумя порциями бидистиллированной воды по 5 см³ и промывные воды присоединяют к основному раствору. Смесь разбавляют бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Полученный раствор вводят в распылитель фотометра и фиксируют величину эмиссии.

Все показания снимают при строго постоянном давлении ацетилена и воздуха. Во избежание ошибок при нестабильной работе прибора через каждые четыре пробы проверяют наклон градуировочного графика повторным фотометрированием одного из ранее проанализированных растворов.

При изменении оптической плотности более чем на 2% анализ последних четырех проб повторяют.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 40 см³ раствора магния (при анализе сплавов, легированных литием, вводят раствор лития, объем которого вычисляют по формуле $V=2C$, где C — массовая доля лития в пробе, %), добавляют 0; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0 и 10,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 и 1,00 мг калия. Растворы разбавляют водой до метки, перемешивают, вводят в распылитель и фотометрируют, как указано в п. 3.1. По результатам измерений интенсивности резонансной линии калия строят градуировочный график.

Разд. 3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю калия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса калия, найденная по градуировочному графику, г;
 m — масса навески сплава, г.

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

Массовая доля калия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005	0,0007
Св. 0,005 » 0,010	0,001
» 0,01 » 0,02	0,002

Разд. 4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли калия от 0,002 до 0,02% используют 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.

Контроль точности измерений массовой доли калия допускается проводить методом добавок.

Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Канаев, Т. Е. Заборенко, В. А. Коренева

- 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 пункта
ГОСТ 804—72	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1
ГОСТ 4517—87	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	Разд. 2
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 14261—77	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	Разд. 5
ГОСТ 8.315—78	Разд. 5

- 5. Срок действия продлен до 01.01.93** Постановлением Госстандарта СССР от 30.06.87 № 3008

- 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ** [декабрь 1988 г.] с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. [ИУС 11—87]