

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения натрия

Magnesium alloys.
Method for determination of sodium

ГОСТ
3240.13—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 натрия (при массовой доле натрия от 0,001 до 0,05%).

Метод основан на измерении интенсивности резонансного дублета натрия 589,0—589,6 нм, возбуждающегося в ацетилено-воздушном пламени. Высота фотометрируемого участка 1 см. Для устранения эффекта частичного гашения излучения натрия в присутствии основы сплава, а также кислот, применяющихся для разложения проб, последние в соответствующих количествах вводят в градуировочные растворы.

При анализе сплавов, содержащих литий, в градуировочный график 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.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517—87.

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

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

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, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Натрий хлористый, 0,1 М (0,1 н.) стандарт-титр (фиксанал).

Стандартные растворы натрия

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

1 см³ раствора А содержит 0,0023 г натрия.

Раствор Б: 43,5 см³ раствора А переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г натрия.

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 водой до метки 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 см³ соляной кислоты. При наличии в сплаве меди ее переводят в раствор добавлением нескольких капель азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Сосуд, в котором проводилось растворение, ополаскивают двумя порциями бидистиллированной воды и промывные воды присоединяют к основному раствору. Смесь разбавляют бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученный раствор вводят в распылитель фотометра и фиксируют величину эмиссии. Все показания снимают при строго постоянном давлении ацетилен и воздуха. Наклон градуировочного графика периодически, через каждые четыре пробы, проверяют посредством повторного фотометрирования одного из ранее проанализированных растворов. При изменении показаний прибора результаты анализа предыдущих четырех проб аннулируют и фотометрирование указанных растворов повторяют. Параллельно ведут контрольный опыт.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят по 40 см³ раствора магния (при анализе сплавов, легированных литием вво-

дят раствор лития, объем которого рассчитывают по формуле $V=2 \cdot C$, 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 натрия, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,40; 1,00 мг натрия.

Растворы разбавляют водой до метки, перемешивают, вводят в распылитель и фотометрируют, как указано в п. 3.1. По результатам измерений интенсивности резонансного дублета натрия строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса натрия, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

| Массовая доля натрия, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|-------------------------|---------------------------------------|
| От 0,001 до 0,003 | 0,0005 |
| Св. 0,003 » 0,009 | 0,0010 |
| » 0,009 » 0,025 | 0,002 |
| » 0,025 » 0,05 | 0,003 |

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли натрия от 0,001 до 0,05% 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 натрия допускается проводить методом добавок.

(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 № 3009

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