

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ**Метод определения кальция**

Magnesium alloys.
Method for determination of calcium

ГОСТ
3240.7-76

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.78
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения кальция (при массовой доле кальция от 0,01 до 0,2%).

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, добавлении раствора 8-оксихинолина для подавления гашения излучения кальция и измерении интенсивности молекулярной полосы окиси кальция, возбуждающейся в ацетиленово-воздушном пламени в области 622,3 нм. Высота фотометрируемого участка 3 см.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламени или спектрофотометр.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 10%-ный раствор.

8-оксихинолин 5%-ный раствор в уксусной кислоте.

Магний хлористый, раствор; готовят следующим образом: 100 г магния по ГОСТ 804—72 марки Mg1 растворяют в 1500 см³ соляной кислоты и разбавляют водой до 2000 см³.

1 см³ раствора содержит 0,05 г магния.

Алюминий хлористый, раствор; готовят следующим образом: 100 г алюминия по ГОСТ 11069—74 марки А7 растворяют в 1600 см³ соляной кислоты и разбавляют водой до 2000 см³.

1 см³ раствора содержит 0,05 г алюминия.

Кальций хлористый, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,140 г окиси кальция по ГОСТ 8677—76, прокаленной при $700 \pm 10^\circ\text{C}$ до постоянной массы, растворяют в 25 см³ соляной кислоты и разбавляют водой до 1000 см³.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг кальция.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Вода бидистиллированная, полученная по ГОСТ 4517—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 1 г сплава помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, тщательно вымытую соляной кислотой и водой. Затем добавляют 15 см³ воды, растворяют пробу в 15 см³ соляной кислоты, вводят 50 см³ раствора 8-оксихинолина, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой, тщательно перемешивают, вводят в распылитель фотометра и фотометрируют, используя молекулярную полосу окиси кальция $\lambda_{\text{max}} = 622,3$ нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массовую долю кальция находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят раствор хлористого алюминия, количество миллилитров которого рассчитывают по формуле $V_1 = 0,2 \cdot C$, где C — массовая доля алюминия в образцах в процентах, раствор хлористого магния в количестве $V_2 = (20 - V_1)$, а также 0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мл стандартного раствора кальция, что соответствует массовой доле кальция в пробах 0,0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1 и 0,2%, добавляют 50 см³ раствора 8-оксихинолина, разбавляют бидистиллированной водой до метки и фотометрируют, как указано в п. 3.1.

Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс массовую долю кальция в процентах, а на оси ординат — разность показаний прибора, полученных при фотометрировании растворов, содержащих кальций, и нулевого раствора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю кальция в процентах определяют по градуировочному графику.

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

Массовая доля кальция, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,002
Св. 0,02 » 0,04	0,003
» 0,04 » 0,10	0,005
» 0,10 » 0,20	0,015

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли кальция от 0,01 до 0,2% 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 кальция допускается проводить методом добавок.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Канаев, С. Н. Пинаева, М. Ф. Свиридова, 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. ВЗАМЕН ГОСТ 3240—56 разд. IX в части определения содержания кальция

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	Разд. 2
ГОСТ 804—72	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1
ГОСТ 4517—87	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	Разд. 2
ГОСТ 8677—76	Разд. 2
ГОСТ 11069—74	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)