

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения хлора

ГОСТ
3240.19—76Magnesium alloys.
Method for determination of chlorineМКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает турбидиметрический метод определения хлора (при массовой доле хлора от 0,002 до 0,01 %).

Метод основан на образовании мелкодисперсного золя хлорида серебра при взаимодействии ионов хлора с раствором нитрата серебра. Концентрацию ионов хлора измеряют по снижению интенсивности проходящего света при длине волны 400 нм. Определению ионов хлора мешает нерастворимый цирконий, который отделяют центрифугированием.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Кислота серная по ГОСТ 4204, приблизительно 25 %-ный раствор по массе; готовят следующим образом: 37 см³ концентрированной кислоты разбавляют водой до 100 см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Магний сернистый по ГОСТ 4523, очищенный от хлоридов; готовят следующим образом: 250 г сернистого магния ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) растворяют в 600—700 см³ воды, прибавляют 110 см³ 1 %-ного раствора азотнокислого серебра и 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до $(50 \pm 5) ^\circ C$ и дают отстояться в течение суток. Раствор фильтруют через плотный фильтр, предварительно промытый водой, собирая его в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор должен быть прозрачным.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 2 %-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Стандартные растворы хлора

Раствор А: 1,649 г хлористого натрия, высушенного до постоянной массы при 500 °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг хлора.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,02 мг хлора.

Центрифуга.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ воды и 20 см³ серной кислоты порциями 1—2 см³ до растворения. После растворения сплава раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают. (В случае, если имеется осадок нерастворимого в серной кислоте циркония, раствор помещают в пробирку и центрифугируют. Раствор декантируют в мерную колбу вместимостью 50 см³, пробирку ополаскивают не более 3 см³ воды, центрифугируют, присоединяют к основному раствору). В мерные колбы прибавляют 2 см³ раствора азотнокислого серебра и оставляют в темном месте на 15 мин. Затем раствор доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны 400 нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. Одновременно проводят контрольный опыт.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ приливают 20 см³ 25 %-ного раствора серной кислоты, затем проводят через все стадии анализа. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массовую долю хлора находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб вместимостью по 50 см³ приливают из микробюретки стандартный раствор В в количестве 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³, что соответствует: 0; 1 · 10⁻⁵; 2 · 10⁻⁵; 3 · 10⁻⁵; 4 · 10⁻⁵; 5 · 10⁻⁵; 6 · 10⁻⁵; 8 · 10⁻⁵; 1 · 10⁻⁴ и 1,2 · 10⁻⁴ г хлора. Приливают во все колбы по 16 см³ раствора сернокислого магния, очищенного от хлора, 2 см³ раствора азотнокислого серебра, оставляют на 15 мин в темном месте, затем разбавляют водой до метки и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям хлора строят градуировочный график.

3.1; 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю хлора (X) в процентах вычисляют по формуле

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

Массовая доля хлора, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,002 до 0,005	0,001
Св. 0,005 > 0,01	0,002

где m_1 — масса хлора, найденная по градуировочному графику, г;
 m — масса навески сплава, взятая для фотометрирования, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

4. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности измерений массовой доли хлора от 0,002 до 0,01 % проводят методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 4. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР
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 раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1277—75	Разд. 2	ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 4523—77	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	Разд. 4
ГОСТ 4233—77	Разд. 2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)
6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)