

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения лития

Magnesium alloys.
Method for determination of lithium

ГОСТ
3240.10—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения лития (при массовой доле лития от 10 до 25 %).

Метод основан на измерении интенсивности резонансной линии лития при $\lambda_{\text{max}} = 670,8$ нм, возбуждающейся в пламени ацетилен-воздух. Для устранения эффекта частичного гашения излучения лития в градуировочные растворы в соответствующих количествах вводят раствор хлорида магния и соляную кислоту.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный или спектрофотометр.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Раствор магния 20 г/дм³.

20 г магния растворяют в 300 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,02 г магния.

Литий углекислый, х. ч.

Стандартный раствор лития: 5,324 г предварительно высушенного при 100—105 °С до постоянной массы карбоната лития помещают в высокий стакан, смачивают водой и постепенно подливают соляной кислоты, разбавленной 1:1 до просветления раствора. После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг лития.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 0,2 г (пробу перед проведением анализа хранят в запарафинированных бюксах) растворяют в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане или конической колбе вместимостью 100 см³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, разбавляют до метки дистиллированной водой и перемешивают. 10 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают. Параллельно проводят контрольный опыт. Растворы фотометрируют при длине волны 670,8 нм. Вводят раствор в распылитель прибора и фиксируют показания прибора.

Во избежание ошибок при нестабильной работе прибора через каждые четыре пробы контролируют работу прибора фотометрированием градуировочного раствора, близкого по содержанию лития к пробам, с последующей корректировкой угла наклона градуировочного графика при вычислении результатов анализа предыдущих четырех растворов, фотометрирование которых повторяют.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят по 1 см³ раствора магния, добавляют из бюретки 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора лития, что соответствует 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 мг лития, добавляют 20 см³ соляной кислоты. Растворы разбавляют водой до метки, перемешивают и фотометрируют, как указано в п. 3.1. По результатам измерений строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части, см³;

m — масса навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Массовая доля лития, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 10 до 15	0,4
Св. 15 » 25	0,6

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли лития от 10 до 25 % используют отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Контроль точности измерений массовой доли лития допускается проводить методом добавок.

(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 8.315—97	Разд. 5	ГОСТ 3240.0—76	1.1
ГОСТ 804—93	Разд. 2	ГОСТ 5457—75	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	Разд. 5

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)