

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ**Методы определения меди**

Magnesium alloys.
Methods for determination of copper

**ГОСТ
3240.12—76**

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди (при массовой доле меди от 0,001 до 0,8 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании комплексного соединения меди с бисацетальдегид-оксалилдигидразидом при pH 7,8—9,8 и фотометрировании интенсивности окраски полученного комплексного соединения, окрашенного в фиолетовый цвет, при $\lambda_{\max} = 536$ нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.
Аммоний лимоннокислый по ТУ 6—09—01—766 однозамещенный, 40 %-ный раствор.
Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962*.
Нейтральный красный, 0,01 %-ный спиртовой раствор.
Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 20 %-ный раствор.

Буферный раствор с pH 9,9, готовят следующим образом: 500 см³ раствора хлористого аммония смешивают с 500 см³ аммиака, разбавленного 1:1.

Альдегид уксусный, раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 500 см³ воды и медленно прибавляют из охлажденной под струей воды ампулы 400 см³ уксусного альдегида, затем доливают водой до метки и перемешивают.

Оксалилдигидразид, 0,25 %-ный раствор.

Магний хлористый, раствор; готовят следующим образом: 210 г хлористого магния по ГОСТ 4209 растворяют в воде, фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 25 мг магния.

Медь марки М0 по ГОСТ 859.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Стандартные растворы меди

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г меди растворяют в азотной кислоте, разбавленной 1:1, удаляют окислы азота кипячением, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 20 см³ соляной кислоты. К раствору добавляют 2–3 капли азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли меди отбирают для анализа в мерную колбу вместимостью 100 см³ различные аликовитовые части раствора, указанные в табл. 1.

Затем приливают 10 см³ раствора лимонно-кислого аммония, две капли нейтрального красного, нейтрализуют аммиаком до желтой окраски раствора, прибавляют 10 см³ раствора уксусного альдегида и снова нейтрализуют до желтой окраски раствора.

Раствор тщательно перемешивают, прибавляют 20 см³ буферного раствора, 20 см³ раствора оксалидигидразида, разбавляют до метки водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора $\lambda_{\max} = 536$ нм, пользуясь соответствующими кюветами.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массовую долю меди находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика**2.3.2.1. При массовой доле меди от 0,001 до 0,02 %**

В девять мерных колб вместимостью по 100 см³ вносят по 10 см³ раствора хлористого магния и 0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; $2,5 \cdot 10^{-6}$; $5 \cdot 10^{-6}$; $1 \cdot 10^{-5}$; $2 \cdot 10^{-5}$; $3 \cdot 10^{-5}$; $4 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-5}$ и $6 \cdot 10^{-5}$ г меди. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.2.2. При массовой доле меди от 0,02 до 0,16 %

В девять мерных колб вместимостью по 100 см³ вносят по 4 см³ раствора хлористого магния, затем последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; $2 \cdot 10^{-5}$; $4 \cdot 10^{-5}$; $6 \cdot 10^{-5}$; $8 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $1,2 \cdot 10^{-4}$; $1,4 \cdot 10^{-4}$; $1,6 \cdot 10^{-4}$ г меди. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.2.3. При массовой доле меди от 0,16 до 0,8 %

В девять мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят по 1 см³ раствора хлористого магния, затем последовательно 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; $2 \cdot 10^{-5}$; $4 \cdot 10^{-5}$; $6 \cdot 10^{-5}$; $8 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $1,2 \cdot 10^{-4}$; $1,4 \cdot 10^{-4}$; $1,6 \cdot 10^{-4}$ г меди. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1. По найденным значениям оптических плотностей строят градуировочные графики.

2.3.2.1–2.3.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V_1 \cdot 100}{m_1 \cdot V_2},$$

где m — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем исходного раствора, см³;

V_2 — объем аликовитой части раствора, см³;

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Аликовитая часть раствора, см ³
От 0,001 до 0,02	25
Св. 0,02 » 0,16	10
» 0,16 » 0,8	2

С. 3 ГОСТ 3240.12—76

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,003	0,0005	Св. 0,06 до 0,16	0,008
Св. 0,003 » 0,009	0,001	» 0,16 » 0,4	0,03
» 0,009 » 0,020	0,003	» 0,4 » 0,8	0,05
» 0,02 » 0,06	0,005		

2.5. Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли меди от 0,001 до 0,8 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, а также 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.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли меди методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,7 нм в пламени ацетилена — воздуха.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч., разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч., разбавленная 1:1.

Вода бидистилированная, полученная по ГОСТ 4517.

Магний первичный в чулках по ГОСТ 804 марки Мг96 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 водой до метки и перемешивают.

Медь металлическая по ГОСТ 859 в виде стружки.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 1 г меди растворяют в 50 см³ раствора азотной кислоты при осторожном нагревании. По окончании растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г меди.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, осторожно растворяют в 30—35 см³ раствора соляной кислоты, добавляют 5—10 капель азотной кислоты, кипятят для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

При массовой доле меди от 0,1 до 0,5 % аликвотную часть раствора 10 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Параллельно пробе проводят анализ контрольного опыта.

Измеряют атомную абсорбцию меди в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика на атомно-абсорбционном спектрофотометре относительно воды при длине волны 324,7 нм в пламени ацетилена — воздуха.

Массовую долю меди в пробе и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика при массовой доле меди от 0,001 до 0,1 % в серию

мерных колб вместимостью 50 см³ вводят по 40 см³ раствора магния, 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 см³ раствора Б и 1,0; 2,0 см³ раствора А, что соответствует 0; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,50; 1,0 и 2,0 мг меди, разбавляют водой до метки и перемешивают.

При массовой доле меди от 0,1 до 0,5 % в другую серию мерных колб вместимостью 50 см³ вводят 8 см³ раствора магния, а также 0; 4,0; 10,0; 20,0 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,4; 1,0 и 2,0 мг меди, разбавляют водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию меди согласно п. 3.3.1.

Из полученных значений атомной абсорбции растворов строят градуировочный график.

3.3.1; 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, взятая для спектрофотометрирования, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля меди, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0010 до 0,0025	0,0001	Св. 0,05 до 0,15	0,005
Св. 0,0025 » 0,0070	0,0003	» 0,15 » 0,30	0,007
» 0,007 » 0,020	0,0005	» 0,3 » 0,5	0,01
» 0,02 » 0,05	0,0015		

3.4.1; 3.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Контроль точности измерений

Контроль точности измерений проводят по п. 2.5.

(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. ВЗАМЕН ГОСТ 3240-56 в части разд. III

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение ИТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение ИТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315-97	2.5	ГОСТ 4461-77	2.2
ГОСТ 804-93	3.2	ГОСТ 4517-87	3.2
ГОСТ 859-2001	2.2, 3.2	ГОСТ 5457-75	3.2
ГОСТ 3118-77	2.2	ГОСТ 5962-67	2.2
ГОСТ 3240.0-76	1.1	ГОСТ 11125-84	3.2
ГОСТ 3760-79	2.2	ГОСТ 14261-77	3.2
ГОСТ 3773-72	2.2	ГОСТ 25086-87	2.5
ГОСТ 4209-77	2.2	ТУ 6-09-01-766-89	2.2

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)