

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы определения лантана

Magnesium alloys.
Methods for determination of lanthanumГОСТ
3240.9—76МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения лантана (при массовой доле лантана от 0,5 до 2 %) и фотометрический метод определения лантана (при массовой доле лантана от 0,2 до 2 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЛАНТАНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности молекулярных полос монооксида лантана с кантами при 794 и 743 нм, возбуждающихся в ацетиленово-воздушном пламени. Гашение излучения окиси лантана в присутствии магния-цинка подавляют введением в анализируемые растворы азотнокислого аммония.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр пламенный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор, готовят следующим образом: 600 г реактива растворяют при нагревании в дистиллированной воде и разбавляют водой до 1 дм³.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Раствор магния 50 г/дм³: 50 г магния растворяют в 800 см³ раствора соляной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³.

Стандартный раствор лантана: 2,345 г прокаленной при 600 °С в течение 2 ч и охлажденной в эксикаторе химически чистой окиси лантана переносят в коническую колбу вместимостью 400 см³ и растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,002 г лантана.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 1 г переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 15 см³ соляной кислоты, добавляют 15 см³ раствора азотнокислого аммония, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки, тщательно перемешивают, вводят в распылитель пламенного спектрофотометра и записывают спектральные полосы окиси лантана 743 нм или 794 нм. Измерив высоту пиков окиси лантана, находят содержание лантана по графику, построен-

С. 2 ГОСТ 3240.9—76

ному по градуировочным растворам. Наклон градуировочных графиков периодически (через каждые четыре пробы) проверяют по градуировочным растворам.

2.3.2. В пять мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 40 см³ раствора магния, по 30 см³ раствора азотнокислого аммония, 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора лантана, что соответствует 0; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 г лантана. Растворы доливают до метки водой, перемешивают, вводят в капилляр распылителя и регистрируют интенсивность полос монооксида лантана. По результатам измерений строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

| Массовая доля лантана, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|--------------------------|---------------------------------------|
| От 0,5 до 1,0 | 0,03 |
| Св. 1,0 > 2,0 | 0,06 |

2.5. Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений массовой доли лантана от 0,5 до 2 % 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 лантана методом добавок.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЛАНТАНА

3.1. Сущность метода

Лантан образует с арсеназо III комплексное соединение при pH 3,0—3,5, окрашенное в малиново-красный цвет. Для устранения мешающего влияния железа, меди и остатков алюминия вводят тиомочевину и сульфосалициловую кислоту. Для связывания циркония в комплекс добавляют фениларсоновую кислоту. Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре или спектрофотометре при $\lambda_{\max} = 656$ нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФД-2 или СФ-4А или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1 %-ный раствор.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804 в виде стружки.

Раствор магния 1 г/дм³: 1 г металлического магния растворяют в 60 см³ раствора соляной кислоты и доливают водой до 1 дм³.

Индикатор пентаметоксикрасный, 0,1 %-ный раствор; готовят и хранят по ГОСТ 4919.1.

Арсеназо III, 0,04 %-ный раствор.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, 5 %-ный раствор.

Сульфосалициловая кислота по ГОСТ 4478, 20 %-ный раствор.

Кислота щавелевая, насыщенный раствор и 3 %-ный раствор.

Фениларсоновая кислота, 5 %-ный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, 50 %-ный раствор.

Стандартный раствор лантана.

Лантан хлористый $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, раствор; готовят следующим образом: 2,6738 г соли растворяют в 40—50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Титр раствора устанавливают весовым оксалатным методом следующим образом: 10 см³ раствора помещают в стакан, выпаривают на плите почти досуха, добавляют 40 см³ 1 %-ного раствора соляной кислоты, доводят почти до кипения, прибавляют 30 см³ горячего раствора щавелевой кислоты, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и раствор с выпавшим осадком оставляют до следующего дня. Затем осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента» и промывают 3 %-ным холодным раствором щавелевой кислоты. Осадок с фильтром сушат, прокаливают при 950 °С в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают осадок. Коэффициент пересчета окисла лантана на лантан 0,8529.

Раствор содержит 1 мг лантана в 1 см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 1 г (при массовой доле лантана менее 1,5 %) и 0,5 г (при содержании лантана более 1,5 %) растворяют в 40 см³ разбавленной соляной кислоты при нагревании.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Если необходимо, часть раствора отфильтровывают, отбирают аликвотную часть 1 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до 30—40 см³. К раствору приливают 2,0 см³ раствора тиомочевины, затем выдерживают раствор 3—4 мин и добавляют 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см³ раствора фениларсоновой кислоты, после этого прибавляют 5—6 капель индикатора и нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до исчезновения розовой окраски. Затем приливают 5 см³ арсеназо III, разбавляют водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при $\lambda_{\max} = 655$ нм (красный светофильтр) в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Содержание лантана определяют по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В серию мерных колб вместимостью 250 см³ вводят 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0; 18,0 и 20,00 см³ стандартного раствора лантана, что соответствует 0; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,012; 0,014; 0,016; 0,018 и 0,020 г лантана, добавляют по 30 см³ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотные части по 1 см³ в мерные колбы вместимостью по 100 см³, разбавляют водой приблизительно до 20—30 см³, добавляют 4 см³ раствора магния и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1. По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

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

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

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Т а б л и ц а 2

| Массовая доля лантана, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|--------------------------|---------------------------------------|
| От 0,2 до 0,5 | 0,02 |
| Св. 0,5 » 0,9 | 0,03 |
| » 0,9 » 2,0 | 0,05 |

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. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|--|--------------|
| ГОСТ 8.315—97 | 2.5 | ГОСТ 4919.1—77 | 3.2 |
| ГОСТ 199—78 | 3.2 | ГОСТ 5457—75 | 2.2 |
| ГОСТ 804—93 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 6344—73 | 3.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 22867—77 | 2.2 |
| ГОСТ 3240.0—76 | 1.1 | ГОСТ 25086—87 | 2.5 |
| ГОСТ 4478—78 | 3.2 | | |

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)