ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

ГОСТ 6689.12—92

Издание официальное

БЗ 5—92/637

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения магния

Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for the determination of magnesium

ГОСТ 6689.12—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле магния от 0,005 до 0,2%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле магния от 0,002 до 0,2%) методы определения магния в никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании магнием в щелочной среде с титановым желтым соединением розового цвета и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1.

Смесь кислот для растворения: азотной и соляной кислоты в соотношении 1 : 3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 10 и 200 г/дм^3.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, растворы 20 и 200 г/дм³.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³.

Желатин раствора 5 г/дм³.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 30%-ный раствор.

Диэтилдитиокарбаминат натрия по ГОСТ 8864, раствор 50 г/дм³.

Титановый желтый, раствор 0,5 г/дм³.

Окись магния для спектрального анализа.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: окись магния прокаливают в кварцевом тигле в муфеле при 900—1100°С в течение 1 ч. 1,66 г прокаленной окиси магния растворяют в 10 см³ соляной кислоты (1 : 1). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,002 г магния.

Раствор Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г магния.

Раствор В: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора В содержит 0,00001 г магния.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для сплавов, содержащих хром*

Навески сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 20 см³ смеси кислот, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После охлаждения ополаскивают стекло или пластинку и стенки стакана водой, добавляют 10 см³ серной кислоты и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в 20 см³ воды при нагревании и раствор разбавляют водой до 150 см³. Добавляют раствор гидроокиси натрия (200 г/дм³) до выпадения осадка гидроокиси хрома, которая начинает выпадать при pH 5. При дальнейшем добавлении раствора гидроокиси натрия до pH 14 гидроокись хрома растворяется, а в осадок выпадают гидроокиси никеля и магния. В раствор добавляют перекись водорода для окисления трехвалентного хрома до шестивалентного. Раствор нагревают, чтобы окисление произошло полностью.

Осадок гидроокисей никеля и магния отфильтровывают на плотный фильтр.

Стакан и осадок промывают 8—10 раз раствором гидроокиси натрия (10 г/дм³). Промытый осадок смывают горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение, растворяют в 40 см³ соляной кислоты (1 : 1). Раствор разбавляют водой до объема 80 см³ и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (200 г/дм³) до pH 4,0—4,5 по универсальной индикаторной бумаге. Нейтрали-

зованный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и при перемешивании прибавляют 80 см³ раствора диэтилдитиокарбамината натрия.

Раствор вместе с выпавшим осадком разбавляют до метки водой, тщательно перемешивают и оставляют на 4—5 ч (можно на ночь) для отстаивания осадка. Отстоявшийся раствор фильтруют в сухую коническую колбу через сухой плотный фильтр и сухую воронку. Первую порцию фильтрата (15—20 см³) выбрасывают. Затем отбирают аликвотную часть (см. табл. 1) в мерную колбу вместимостью 100 см³. Если аликвотная часть составляет 100 см³, то ее помещают в стакан, упаривают при слабом нагревании до объема 40—45 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Если аликвотная часть меньше 50 см³, то ее разбавляют приблизительно до 50 см³. Прибавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 5 см³ раствора желатина, 5 см³ раствора титанового желтого, 20 см³ раствора гидроокиси натрия (200 г/дм³) разбавляют водой до метки и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зелено-желтым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 см или на спектрофотометре при 545 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Таблица 1

Массовая доля магния, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,005 до 0,05 включ.	100
Св. 0,05 » 0,1 »	50
» 0,1 » 0,2 »	25

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа.

2.3.2. *Для сплавов, содержащих алюминий*

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 30 см³ азотной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения ополаскивают стекло или пластинку и стенки стакана 20 см³ воды и раствор кипятят до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, добавляют 100 см³ воды, 5 см³ раствора хлористого аммония (200 г/дм³) и осаждают гидроокись алюминия раствором аммиака. Раствор с осадком гидроокиси алюминия нагревают до 50—60°С для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают 8—10 раз раствором хлористого аммония (20 г/дм³). Осадок выбрасывают. Фильтрат упари-

вают до объема приблизительно 80 см³, охлаждают и нейтрализуют соляной кислотой (1 : 1) до pH 4,0—4,5 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Для сплавов, содержащих свыше 0,5% марганца*

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения ополаскивают стекло или пластинку и стенки стакана 20 см³ воды и раствор кипятят для удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, добавляют 150 см³ воды и добавляют раствор аммиака до слабокислой среды по бумаге конго (до слабо-сиреневого цвета), затем добавляют 3 г надсернокислого аммония и нагревают до выделения марганца в виде двуокиси. Смесь нагревают до полного разрушения избытка надсернокислого аммония (до полного прекращения выделения пузырьков кислорода), раствор охлаждают и осадок двуокиси марганца отфильтровывают на плотный фильтр. Стакан и осадок промывают 6—10 раз водой. Осадок выбрасывают, а фильтрат упаривают до объема приблизительно 80 см³.

После охлаждения раствор нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (200 г/дм³) до pH 4,0—4,5 по универсальной индикаторной бумаге, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и далее ведут анализ, как указано в п. 2.3.1.

2.3.4. *Для сплавов, содержащих вольфрам, и остальных сплавов*

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения ополаскивают стекло или пластинку и стенки стакана 20 см³ воды и раствор кипятят для удаления окислов азота. Раствор разбавляют водой приблизительно до 30 см³ и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (200 г/дм³) до pH 4,0—4,5 по универсальной индикаторной бумаге. Для сплавов, содержащих вольфрам, на выпадение осадка вольфрамовой кислоты не обращают внимания.

Нейтрализованный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.3.5. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора. В магния, разбавляют водой до 50 см³, добавляют 10 см³ солянокислого гидроксиламина и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля магния, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0005	0,0007
Св. 0,005 » 0,02 »	0,001	0,001
» 0,02 » 0,05 »	0,002	0,003
» 0,05 » 0,1 »	0,005	0,007
» 0,1 » 0,2 »	0,01	0,01

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами магния, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения магния.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и 1 и 2 моль/дм³ растворы.

Смесь кислот: смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Магний по ГОСТ 804.

Стандартный раствор магния: 0,1 г магния растворяют в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г магния.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1).

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартный раствор никеля: 10 г никеля растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г никеля.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для сплавов, не содержащих олова, кремния, хрома и вольфрама*

Навеску сплава массой (см. табл. 3) растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Таблица 3

Массовая доля магния, %	Масса навески, г	Объем раствора меди или никеля, см³
От 0,002 до 0,01 включ.	1	10
Св. 0,01 » 0,02 »	0,5	5
» 0,02 » 0,20 »	0,1	—

Измеряют атомную абсорбцию магния в пламени ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота (для сплавов, содержащий алюминий) при длине волны 285,2 нм параллельно с градуировочными растворами.

3.3.2. *Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05%*

Навеску сплава (см. табл. 3) растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вмести-

мостью 100 см³ и доливают до метки 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты. Одновременно проводят контрольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию магния, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Для сплавов, содержащих кремний и хром*

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт.

Измеряют атомную абсорбцию магния, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава (см. табл. 3) растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1), затем добавляют 30 см³ горячей воды, выпавший осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на плотный фильтр и промывают горячей азотной кислотой (1 : 100). Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию магния, как указано в п. 3.3.1.

3.5. Построение градуировочного графика

В восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,3; 1,6 и 2,0 см³ стандартного раствора магния, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,13; 0,16 и 0,20 мг магния. Во все колбы добавляют по 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты. При массовой доле магния менее 0,02 % добавляют аликвотные объемы растворов (см. табл. 3) меди (если медь является основой сплава) или никеля (если никель является основой сплава) и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию магния, как указано в п. 3.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация магния в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.12—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.4.3; 3.4.3
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 804—72	3.2
ГОСТ 849—70	3.2
ГОСТ 859—78	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 8864—71	2.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1; 2.4.3; 3.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 29.05.92. Подп. в печ. 20.08.92. Усл. п. л. 0,75. Усл. кр. отт. 0,75. Уч.-изд. л. 0,58. Тир. 584 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1323

gost.e-ecolog.ru