ГОСТ 13047.17—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24 : 546.46.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

Метод определения магния

Nikel.
Method for the determination of magnesium

ОКСТУ 1709

ГОСТ
13047.17—81*

Взамен
ГОСТ 13047.17—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен с 01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения магния при массовой доле его в никеле от 0,0005 до 0,2 %.

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте или смеси азотной и фтористоводородной кислот с последующим измерением атомной абсорбции магния в пламени ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота при длине волны 285,2 нм.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2250—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источник излучения для магния.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор 400 г/дм^3.

Кислота хлорная, плотностью 1,50 г/см^3, раствор 1 : 1.

Вода бидистиллированная.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722—97 с массовой долей магния менее 0,0003 %.

Раствор никеля 50 г/дм^3: 25,0 г никеля растворяют в стакане вместимостью 400 см^3 в 200 см^3 раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, раствор 200 г/дм^3.

Магний металлический по ГОСТ 804—93.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,5000 г магния растворяют в 30 см^3 раствора азотной кислоты, после удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,5 мг магния.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★
* *Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Раствор Б: 25 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,05 мг магния.

Раствор В: 25 см^3 раствора Б отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 5 см^3 раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Готовят перед применением.

1 см^3 раствора В содержит 0,005 мг магния.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Измерение в пламени ацетилен—воздух

3.1.1. При массовой доле кремния в никеле до 0,05 % навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли магния в соответствии с табл. 1, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты.

Таблица 1

Массовая доля магния, %	Масса навески никеля, г	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,0005 до 0,01	1	Весь раствор
Св. 0,01 » 0,05	1	20
» 0,05 » 0,1	1	10
» 0,1 » 0,2	0,5	10

После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

При массовой доле магния в никеле свыше 0,01 % отбирают в другую мерную колбу вместимостью 100 см^3 аликвотную часть в соответствии с табл. 1, доливают до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию магния измеряют в анализируемом растворе в пламени ацетилен — воздух при длине волны 285,2 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и растворами контрольного опыта.

Для определения концентрации магния допускается использовать метод добавок.

Концентрацию магния находят по градуировочному графику.

3.1.2. При массовой доле кремния в никеле свыше 0,05 % навеску пробы массой в соответствии с табл. 1 помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты и 5 см^3 раствора фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см^3 раствора хлорной кислоты и выпаривают до белых паров хлорной кислоты. Остаток охлаждают, прибавляют 20 см^3 воды и после растворения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают, и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.1.

3.1.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080 и 0,100 мг магния. Во все колбы добавляют по 3 см^3 раствора азотной кислоты или по 5 см^3 раствора хлорной кислоты в присутствии кремния в никеле, или по 20 см^3 раствора никеля при массовой доле магния в никеле до 0,01 %. Растворы доливают до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию магния измеряют в пламени ацетилен — воздух при длине волны 285,2 нм перед и после измерения атомной абсорбции магния в растворах проб.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим массовым концентрациям магния строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего магний.

При определении магния с массовой долей до 0,01 % вводят поправку на содержание магния в растворе никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Измерение в пламени ацетилен—закись азота

3.2.1. При массовой доле кремния в никеле до 0,05 % навеску никеля массой 1 г растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 раствора хлористого калия, доливают до метки водой и перемешивают.

При массовой доле магния в никеле до 0,04 % используют весь раствор, при массовой доле магния свыше 0,04 % отбирают в другую мерную колбу вместимостью 100 см^3 аликвотную часть раствора 10 см^3, прибавляют 2 см^3 хлористого калия, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию магния в анализируемом растворе в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 285,2 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и растворами контрольного опыта.

Для определения концентрации магния допускается использовать метод добавок.

Концентрацию магния устанавливают по градировочному графику.

3.2.2. При массовой доле кремния свыше 0,05 % навеску никеля массой 1,0 г растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты и 5 см^3 раствора фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см^3 раствора хлорной кислоты и выпаривают до белых паров хлорной кислоты. Охлаждают, прибавляют 20 см^3 воды, после растворения солей раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 раствора хлористого калия, доливают до метки водой, перемешивают и далее проводят анализ, как указано в п. 3.2.1.

3.2.3. *Построение градуировочного графика*

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора В и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,040; 0,050; 0,10; 0,20; 0,30 и 0,40 мг магния.

Во все колбы добавляют или по 3 см^3 раствора азотной кислоты или по 5 см^3 раствора хлорной кислоты при наличии кремния в никеле, или по 20 см^3 раствора никеля при массовой доле магния в пробе до 0,04 %. Добавляют по 2 см^3 раствора хлористого калия, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию магния в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 285,2 нм до и после измерения атомной абсорбции магния в анализируемых растворах.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям магния строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего магний. При массовой доле магния в пробе до 0,04 % вводят поправку на содержание магния в растворе никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора, см^3;

m — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Таблица 2

Массовая доля магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,0008	0,00015
Св. 0,0008 » 0,002	0,0003
» 0,002 » 0,005	0,0005
» 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,05	0,003
» 0,05 » 0,1	0,005
» 0,1 » 0,2	0,01

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 29.07.99. Подписано в печать 23.08.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.
Тираж 132 экз. С 3534. Зак. 687.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru