МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения магния

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.14—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Средства измерений и вспомогательные устройства 1
5 Порядок проведения измерений 2
6 Обработка результатов измерений 4
7 Допустимая погрешность измерений 4
8 Требования к квалификации 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения магния

Sponge titanium.
Method for determination of magnesium

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения магния (при массовой доле магния от 0,001 % до 0,1 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на измерении атомной абсорбции магния в пламени ацетилен-воздух при длине волны 285,2 нм. Определение проводят методом стандартных добавок.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю магния определяют по двум навескам.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения спектральной линии магния.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Издание официальное

Кислота азотная по ГОСТ 11125.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 1:99.

Магний марки Мг96 по ГОСТ 804.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Титан губчатый марки ТГ-100 по ГОСТ 17746.

Вода бидистиллированная, приготовленная по ГОСТ 4517, проверенная на чистоту по магнию; допустимая концентрация магния не выше 0,00005 г/см^3. Хранить в полиэтиленовой посуде.

Колбы конические вместимостью 100 см^3, колбы мерные вместимостью 100 см^3 и 1000 см^3 с притертыми или полиэтиленовыми пробками по ГОСТ 25336.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,1 г металлического магния помещают в стакан вместимостью 300 см^3, приливают 10 см^3 воды, 30 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и ведут растворение вначале при комнатной температуре, а затем при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 3 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г магния.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000005 г магния.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску пробы массой 0,5—1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают 70 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), колбу накрывают часовым стеклом или стеклянной воронкой и ведут растворение при нагревании, поддерживая объем раствора в колбе примерно 50 см^3 добавлением того же раствора соляной кислоты.

После полного растворения навески добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски раствора и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместиммостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 70 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения, прибавляют 3—4 капли азотной кислоты и кипятят в течение 3—5 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Перед измерением атомной абсорбции растворов пробы и контрольного опыта производят построение градуировочного графика или градуирование прибора, если он работает в автоматическом режиме.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.2 Построение градуировочного графика

5.2.1 При массовой доле магния от 0,001 % до 0,003% в шесть конических колб вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0 г губчатого титана с содержанием магния менее 0,001 % и проводят растворение, как указано в 5.1.

Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, в пять из шести мерных колб добавляют 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного магния 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000125; 0,000150 мг/см^3.

Раствор шестой колбы является раствором титана.

5.2.2 При массовой доле магния свыше 0,003 % до 0,01 % в шесть конических колб вместимостью 100 см^3 помещают по 0,5 г губчатого титана с содержанием магния менее 0,001 % и проводят растворение, как указано в 5.1.

Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, в пять из шести мерных колб добавляют 3,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного магния 0,00015; 0,00025; 0,00030; 0,00040; 0,00050 мг/см^3.

Раствор шестой колбы является раствором титана.

5.2.3 При массовой доле магния свыше 0,01 % до 0,03 % в пять конических колб вместимостью

100 $см^3$ помещают по 0,5 г губчатого титана с содержанием магния менее 0,001% и проводят растворение, как указано в 5.1.

Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, в четыре из пяти мерных колб добавляют 0,50; 0,75; 1,00; 1,50 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует массовой концентрации добавленного магния 0,00050; 0,00075; 0,00100; 0,00150 $мг/см^3$.

Раствор пятой колбы является раствором титана.

5.2.4 При массовой доле магния свыше 0,03 % до 0,1 % в шесть конических колб вместимостью 100 $см^3$ помещают по 0,5 г губчатого титана с содержанием магния менее 0,001 % и проводят растворение, как указано в 5.1.

Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, в пять из шести мерных колб добавляют 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует массовой концентрации добавленного магния 0,0015; 0,0020; 0,0030; 0,0040; 0,0050 $мг/см^3$.

Раствор шестой колбы является раствором титана.

5.2.5 Растворы во всех колбах доливают водой до метки, перемешивают и распыляют в пламя ацетилен-воздух в такой последовательности: раствор контрольного опыта, раствор титана и в порядке возрастания концентрации магния растворы, содержащие добавки стандартного раствора магния. Измерение атомной абсорбции магния проводят при длине волны 285,2 нм.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих введенные количества стандартного раствора магния, вычитают значение атомной абсорбции раствора титана. По полученным значениям разности атомной абсорбции и соответствующим им значениям массовой концентрации добавленного магния ($мг/см^3$) строят градуировочный график.

Массовую концентрацию магния в растворах контрольного опыта и пробы рассчитывают по градуировочному графику.

5.3 Градуирование спектрофотометра

5.3.1 В том случае, когда прибор работает в автоматической режиме и производится его градуирование, навеску губчатого титана с содержанием магния менее 0,001 % массой согласно 5.2.1—5.2.4 помещают в четыре конические колбы вместимостью 100 $см^3$ и проводят растворение, как указано в 5.1. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$.

5.3.2 При массовой доле магния от 0,001 % до 0,003 % в три из четырех мерных колб вместимостью 100 $см^3$ с растворами титана, приготовленными по 5.3.1, добавляют 1,0; 2,0; 4,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного магния 0,00005; 0,00010; 0,00020 $мг/см^3$.

Раствор четвертой колбы является раствором титана.

5.3.3 При массовой доле магния свыше 0,003 % до 0,01 % в три из четырех мерных колб вместимостью 100 $см^3$ с растворами титана, приготовленными по 5.3.1, добавляют 2,5; 5,0; 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного магния 0,000125; 0,000250; 0,000500 $мг/см^3$.

Раствор четвертой колбы является раствором титана.

5.3.4 При массовой доле магния свыше 0,01 % до 0,03 % в три из четырех мерных колб вместимостью 100 $см^3$ с раствором титана, приготовленными по 5.3.1, добавляют 0,5; 1,0; 2,5 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует массовой концентрации добавленного магния 0,0005; 0,0010; 0,0025 $мг/см^3$.

Раствор четвертой колбы является раствором титана.

5.3.5 При массовой доле магния свыше 0,03 % до 0,1 % в три из четырех мерных колб вместимостью 100 $см^3$ с растворами титана, приготовленными по 5.3.1, добавляют 1,25; 2,5; 5,0 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует массовой концентрации добавленного магния 0,00125; 0,00250; 0,00500 $мг/см^3$.

Раствор четвертой колбы является раствором титана.

5.3.6 Растворы во всех колбах доливают водой до метки, перемешивают и распыляют в пламя ацетилен-воздух в такой последовательности: раствор титана, затем в порядке возрастания концентрации магния растворы, содержащие добавки стандартного раствора магния, раствор контрольного опыта и раствор пробы.

Измерение атомной абсорбции магния проводят при длине волны 285,2 нм.

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю магния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0)\,10^{-3}\,V}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где C — массовая концентрация магния в растворе пробы, соответствующая его атомной абсорбции, мг/см^3;

C_0 — массовая концентрация магния в растворе контрольного опыта, соответствующая его атомной абсорбции, мг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля магния	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0010 до 0,0030 включ	0,0004	0,0005	0,0004
Св 0,0030 » 0,0100 »	0,0008	0,0008	0,0007
» 0,0100 » 0,0300 »	0,0010	0,0013	0,0010
» 0,030 » 0,100 »	0,003	0,004	0,003

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками являются стандартные растворы А или Б.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295:546.46.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение магния, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *М И Першина*
Компьютерная верстка *Е Н Мартемьяновой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 22 02 2000 Подписано в печать 20 04 2000 Усл печ л 0,93
Уч -изд л 0,57 Тираж 204 экз С 4947 Зак 357

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru