ГОСТ 851.5—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения алюминия

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 76 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.5—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 851.5—87

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

Группа В59

ГОСТ 851.5—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения алюминия

Primary magnesium. Methods for determination of aluminium

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле алюминия от 0,0002 до 0,060 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле алюминия от 0,001 до 0,060 %) методы определения алюминия в первичном магнии.

При возникновении разногласий анализ проводят фотометрическим методом.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Массовую долю алюминия определяют из двух параллельных навесок.

1.3 При построении градуировочного графика каждую точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности при атомной абсорбции.

1.4 Допускаемые расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученных двумя методами, рассчитывают по ГОСТ 25086.

1.5 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт, указывают метод определения, а также метод и результаты контроля точности результатов анализа.

2 Фотометрический метод определения алюминия

2.1 Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с хромазуролом S и хлоридом N-цетилпиридиния и измерении оптической плотности раствора.

2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Иономер или pH-метр.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:99.

Кислота уксусная — по ГОСТ 61, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм^3.

Натрий уксуснокислый 3-водный — по ГОСТ 199.

Магний хлористый 6-водный — по ГОСТ 4209.

Хромазурол S — по ТУ 6—05—1175, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3.

N-цетилпиридиний хлористый — по ТУ 6—09—15—121, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее X, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Издание официальное

Алюминий марки А99 — по ГОСТ 11069.

Буферный раствор, pH 6,2—6,3:

250 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, добавляют 30—40 см³ раствора уксусной кислоты, доливают водой до 1000 см³ и перемешивают; pH раствора контролируют иономером.

Раствор хлористого магния:

5 г хлористого магния помещают в стакан вместимостью 200 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты и после полного растворения навески раствор выпаривают до начала кристаллизации солей. Остаток растворяют в 40—50 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартные растворы алюминия:

Раствор А: 0,10 г алюминия растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг алюминия.

Раствор Б: 1 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг алюминия.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

2.3 Проведение анализа

2.3.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают небольшими порциями 10—20 см³ раствора соляной кислоты. После окончания бурной реакции стенки стакана обмывают водой и выпаривают до начала кристаллизации солей. Раствор контрольного опыта выпаривают досуха. Остаток растворяют в 40—50 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 или 200 см³ (см. таблицу 1), доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Объем мерной колбы, см³	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,0002 до 0,0010	100	25
Св. 0,0005 » 0,0025	100	10
» 0,0010 » 0,0050	100	5
» 0,0050 » 0,0250	200	2
» 0,0100 » 0,0600	200	1

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 10 см³ буферного раствора, 3 см³ раствора хромазурола S, 5 см³ раствора хлористого N-цетилпиридиния, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и, в соответствии с таблицей 1, аликвотную часть анализируемого раствора. Затем доливают водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны от 590 до 597 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

2.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 10 см³ буферного раствора, 3 см³ раствора хромазурола S, 5 см³ раствора хлористого N-цетилпиридиния, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 5 см³ раствора хлористого магния. После прибавления каждого реактива растворы перемешивают. Затем в шесть из семи колб прибавляют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,0020; 0,0025; 0,0030 мг алюминия. Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта. Растворы во всех колбах доливают водой до метки и далее поступают, как указано в 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4 Обработка результатов анализа

2.4.1 Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \qquad (1)$$

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

V — общий объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³.

2.4.2. Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,00015	0,00012
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,00030	0,00020
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,00060	0,00050
» 0,0030 » 0,0090 »	0,0008	0,00120	0,00100
» 0,0090 » 0,0200 »	0,0020	0,00300	0,00250
» 0,0200 » 0,0600 »	0,0030	0,00450	0,00350

2.4.3 Контроль точности результатов анализа

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

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

Добавками является стандартный раствор А.

3 Атомно-абсорбционный метод определения алюминия

3.1 Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в электротермическом режиме атомизации. Определение проводят методом стандартных добавок.

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, оснащенный графитовым атомизатором, с источником возбуждения спектральной линии алюминия.

Микрошприц вместимостью 20 мкм³.

Аргон — по ГОСТ 10157.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Алюминий марки А99 — по ГОСТ 11069.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

Стандартные растворы алюминия:

Раствор А: готовят в соответствии с 2.2.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг алюминия.

Раствор В: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора В содержит 0,025 мг алюминия.

3.3 Проведение анализа

3.3.1 Навески пробы массой 0,25 или 0,5 г (см. таблицу 3) помещают в семь стаканов вместимостью 300 см³. Смачивают водой, добавляют в каждый стакан небольшими порциями по 5 или 10 см³ раствора соляной кислоты (см. таблицу 3) и ведут растворение при комнатной температуре. После полного растворения навесок растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 или 250 см³ (см. таблицу 3).

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Объем раствора соляной кислоты, $см^3$	Объем мерной колбы, $см^3$	Стандартный раствор
От 0,001 до 0,012	0,50	10	100	Б
» 0,005 » 0,060	0,25	5	250	В

В шесть из семи мерных колб с растворами пробы добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 $см^3$ стандартного раствора Б или В (см. таблицу 3), что соответствует массовой концентрации добавленного алюминия 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 $мкг/см^3$. Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 100 или 250 $см^3$ помещают 10 или 5 $см^3$ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают (см. таблицу 3).

Микрошприцем вводят в графитовую кювету последовательно раствор контрольного опыта, раствор пробы и, в порядке возрастания концентрации алюминия, растворы, содержащие добавки стандартного раствора алюминия.

Измерение атомной абсорбции алюминия проводят в режиме:

тип атомизации — электротермический;

ток лампы, мА — 10;

длина волны, нм — 309,3;

ширина щели прибора, нм — 1,3;

температура сушки I стадии, К — 353—423;

II стадии, К — 423—473;

время сушки I стадии, с — 5;

II стадии, с — 5;

температура озоления, I стадии, К —773—1473;

II стадии, К — 1473—2273;

время озоления I стадии, с — 5;

II стадии, с — 5;

температура атомизации, К — 2973;

время атомизации, с — 7;

температура очистки, К — 2973;

время очистки, с — 2;

скорость аргона, $см^3/мин$ — 200.

На стадии атомизации подачу аргона прекращают.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих добавки стандартного раствора алюминия, вычитают значение атомной абсорбции раствора пробы. По полученным значениям разности атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям добавленного алюминия в $мкг/см^3$ строят градуировочный график, по которому находят массовую концентрацию алюминия в растворах контрольного опыта и пробы.

3.3.2 В том случае, когда прибор работает в автоматизированном режиме и проводится его градуировка, навески пробы массой по 0,25 или 0,5 г (см. таблицу 3) помещают в четыре стакана вместимостью 300 $см^3$ и далее проводят растворение, как указано в 3.3.1. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 или 250 $см^3$ (см. таблицу 3).

В три из четырех мерных колб с растворами пробы добавляют 0,5; 3,0; 6,0 $см^3$ стандартного раствора Б или В (см. таблицу 3), что соответствует массовой концентрации добавленного алюминия 0,05; 0,30; 0,60 $мкг/см^3$.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 3.3.1.

Микрошприцем вводят в графитовую кювету раствор пробы, затем, в порядке возрастания концентрации алюминия, растворы, содержащие добавки стандартного раствора алюминия, и проводят градуировку прибора.

Измерение атомной абсорбции алюминия проводят в режиме согласно 3.3.1.

Затем вводят в графитовую кювету растворы контрольного опыта и пробы и проводят измерение атомной абсорбции алюминия в режиме по 3.3.1.

После каждых 4—5 измерений атомной абсорбции алюминия производят очистку графитовой кюветы: микрошприцем в нее вводят воду и проводят процесс атомизации в режиме по 3.3.1.

3.4 Обработка результатов анализа

3.4.1 Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где C — массовая концентрация алюминия в растворе пробы, мкг/см^3;

C_0 — массовая концентрация алюминия в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

3.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 4.

Таблица 4

Массовая доля алюминия, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0010 до 0,004 включ.	0,0004	0,0006	0,0005
Св. 0,0040 » 0,015 »	0,0010	0,0020	0,0016
» 0,0150 » 0,060 »	0,0030	0,0050	0,0040

3.4.3 Контроль точности результатов анализа

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.2; 3.2	ГОСТ 11069—2001	2.2; 3.2
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 14261—77	3.2
ГОСТ 199—78	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1; 1.4; 2.3.2; 2.4.3; 3.4.3
ГОСТ 3118—77	2.2	ТУ 6—09—15—121—74	2.2
ГОСТ 4209—77	2.2	ТУ 6—05—1175—87	2.2
ГОСТ 6709—72	3.2	Государственная фармакопея X	2.2
ГОСТ 10157—79	3.2		

gost.e-ecolog.ru