УДК 669.25 : 546.46.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Метод определения магния

COBALT
Method for the determination of magnesium

ГОСТ 741.15—80

Взамен
ГОСТ 741.15—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения магния (при массовой доле магния от 0,0005 до 0,01%).

Метод основан на измерении атомной абсорбции магния в ацетилен-воздушном пламени при длине волны 285,2 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, включающий лампу с магниевым полым катодом и всеми принадлежностями, обеспечивающий чувствительность определения магния 0,01 мкг/мл на 1% поглощения.

Баллон ацетилена с редуктором, ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Компрессор воздушный, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, свободного от масла.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1.

Кобальт марки К0 по ГОСТ 123—78 (содержащий магния не более 0,0001%).

gost.e-ecolog.ru

Кобальт азотнокислый, 10%-ный раствор: навеску кобальта марки К0 массой 10 г растворяют в 70 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до влажных солей, слегка охлаждают, приливают 15—20 мл воды и нагревают до растворения солей. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

Магний по ГОСТ 804—72.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,1 г магния осторожно растворяют на холоду в 10 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг магния.

Раствор Б: 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг магния.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кобальта массой 5 г при содержании магния от 0,0005 до 0,002% и 1 г при массовой доле магния от 0,002 до 0,01% растворяют в 20—50 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до влажных солей, слегка охлаждают, приливают 15—20 мл воды, нагревают до растворения солей.

Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Затем раствор кобальта распыляют в пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию магния в пламени при длине волны 285,2 нм.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Величину оптической плотности контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора. Содержание магния в растворе устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика при массовой доле магния от 0,0005 до 0,002%.

В мерные колбы вместимостью 100 мл помещают 50 мл 10%-ного раствора азотнокислого кобальта с известным содержанием магния и такое количество стандартного раствора Б, чтобы общее содержание магния в колбах составляло 0; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125 мг. Доливают до метки водой и перемешивают. Полученные растворы фотометрируют на атомно-абсорбционном спектрофотометре одновременно с анализируемым раствором пробы, как указано в п. 3.1.

3.3. Построение градуировочного графика при массовой доле магния от 0,002 до 0,01%

В мерные колбы вместимостью 100 мл помещают 0; 2,0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,020; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125 мг магния. Доливают до метки водой и перемешивают. Далее поступают, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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 навески кобальта, г.

4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля магния, %	Допускаемые расхождения, отн. %
От 0,0005 до 0,002	10
Св. 0,002 „ 0,01	5

Изменение № 1 ГОСТ 741.15—80 Кобальт. Метод определения магния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 55 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Раздел 2. Исключить слова: «(содержащий магния не более 0,0001 %)»; заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор 100 г/$дм^3$».

Пункты 3.2, 4.2 изложить в новой редакции: «3.2. Построение градуировочного графика при массовой доле магния от 0,0005 до 0,002 %.

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ раствора азотнокислого кобальта, приливают последовательно 0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125 мг магния. Доливают колбы водой до метки и перемешивают. Полученные растворы фотометрируют на атомно-абсорбционном спектрофотометре

(Продолжение см. с. 86)

вместе с анализируемым раствором пробы, как указано в п. 3.1. Величину оптической плотности контрольного раствора вычитают из величины оптической плотности стандартного раствора.

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

Массовая доля магния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,0008 включ.	0,00015
Св. 0,0008 » 0,002 »	0,0003
» 0,002 » 0,005 »	0,0004
» 0,005 » 0,01 »	0,0008

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.15—80 Кобальт. Метод определения магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения магния при массовой доле от 0,0005 до 0,01 %».

Раздел 2. Первый — третий абзацы изложить в новой редакции: «Атомно-абсорбционный спектрофотометр с коррекцией фона.

Источник излучения для магния.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75»;

(Продолжение см. с. 54)

четвертый, пятый абзацы. Заменить слова: «разбавленная 1 : 1» на «раствор 1 : 1»;

шестой, седьмой абзацы изложить в новой редакции: «Кобальт марки КО по ГОСТ 123—78 (содержащий магний не более 0,0001 %), раствор азотнокислого кобальта: навеску кобальта массой 10,00 г растворяют в 70 см³ раствора азотной кислоты, выпаривают до влажных солей, приливают 15—20 см³ воды, нагревают для растворения солей. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,1 г кобальта»:

дополнить абзацем (после восьмого): «Оксид магния для спектрального анализа»;

(Продолжение см. с. 55)

девятый — двенадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Раствор А: 0,1000 г магния растворяют на холоду в 10 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г магния.

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

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г магния»;

дополнить абзацами: «Допускается приготовление стандартного раствора А из оксида магния: 0,1658 г оксида магния, прокаленного при температуре 900—1000 °С, в течение 1 ч растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить значения и слова: 5 г на 5,0000 г; 1 г на 1,0000 г; «разбавленная» на «раствор»;

второй — четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Распыляют последовательно в пламя анализируемые растворы, градуировочные растворы, растворы контрольного опыта и измеряют значения атомной абсорбции при длине волны 285,2 нм.

Концентрацию магния в анализируемых растворах находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию магния в растворе контрольного опыта»;

исключить значение: 100 г/дм³.

Пункт 3.2. Заменить слова: «Полученные растворы фотометрируют на атомно-абсорбционном спектрофотометре вместе с анализируемым раствором пробы, как указано в п. 3.1. Величину оптической плотности контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности стандартного раствора» на «Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух в соответствии с п. 3.1».

Пункт 3.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0; 2,00; 5,00, 7,50; 10,00; 12,50 см³ стандарт-

(Продолжение см. с. 56)

ного раствора Б, что соответствует (0; 0,20; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25) · 10^{-6} г/см^3 магния, доливают до метки водой и измеряют атомную абсорбцию магния, как указано выше. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям строят градуировочный график с поправкой на значение атомной абсорбции градуировочного раствора, не содержащего магния».

Пункты 4.1, 4.2 изложить в новой редакции: «4.1. Массовую долю магния (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — концентрация магния в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем раствора, см^3;

m — масса навески кобальта, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d), и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля магния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0005 до 0,0008 включ.	0,00015	0,00020
Св. 0,0008 » 0,0020 »	0,0003	0,0004
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0008	0,0008

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru