ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

ГОСТ 6689.12—92

Издание официальное

12 р. 30 к. 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/дм^3.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм^3.

Желатин раствора 5 г/дм^3.

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

Диэтилдитиокарбаминат натрия по ГОСТ 8864, раствор 50 г/дм^3.

Титановый желтый, раствор 0,5 г/дм^3.

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 см^3 соляной кислоты (1 : 1). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,002 г магния.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки водой.

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

Раствор В: 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки водой.

1 см^3 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 см^3, добавляют 20 см^3 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 см^3 серной кислоты и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в 20 см^3 воды при нагревании и раствор разбавляют водой до 150 см^3. Добавляют раствор гидроокиси натрия (200 г/дм^3) 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/дм^3). Промытый осадок смывают горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение, растворяют в 40 см^3 соляной кислоты (1 : 1). Раствор разбавляют водой до объема 80 см^3 и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (200 г/дм^3) до pH 4,0—4,5 по универсальной индикаторной бумаге, Нейтрали-

зованный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и при перемешивании прибавляют 50 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 гидраксиламина, 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/дм^3 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 $см^3$ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доливают водой до метки.

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

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 $см^3$ азотной кислоты (1 : 1).

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 г меди.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартный раствор никеля: 10 г никеля растворяют при нагревании в 80 $см^3$ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки.

1 $см^3$ 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 $см^3$ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Таблица 3

Массовая доля магния, %	Масса навески, г	Объем раствора меди или никеля, $см^3$
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 $см^3$ 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. Богданова, 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. 29.06.92 Подп. в печ. 20.08.92 Усл. п. л. 0,75. Усл. кр.-отт. 0,75 Уч.-изд. л. 0,58.
gost.e-ecolog.ru
Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6 Зак. 1323