УДК 669.715:543.061:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения магния

Aluminium casting and deformable alloys. Methods for determination of magnesium

ГОСТ 11739.11—82* (СТ СЭВ 1552—79)

Взамен ГОСТ 11739.11—78

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 июля 1982 г. № 2605 срок введения установлен

с 01.07.83

Постановлением Госстандарта СССР от 03.12.87 № 4365 срок действия продлен до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения магния (при массовой доле магния от 0,1 до 12 %), фотометрический метод определения магния (при массовой доле магния от 0,01 до 0,25 %) и атомно-абсорбционный метод определения магния (при массовой доле магния от 0,01 до 12 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1552—79.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ (ОТ 0,1 ДО 12 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в гидроокиси натрия с последующим растворением осадка в смеси кислот, отделении маскирующих элементов диэтилдитиокарбаматом натрия и титровании магния раствором трилона Б в присутствии эриохрома черного Т в качестве индикатора.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Переиздание (ноябрь 1989 г.) с Изменением № 1, утвержденным в августе 1985 г. (ИУС 11—85).*

gost.e-ecolog.ru

2.2. Реактивы и растворы

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25 и 0,2 %-ные растворы.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см^3, разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см^3, разбавленная 2:3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см^3, разбавленная 1:3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, плотностью 1,05 г/см^3.

Железо (III) хлористое безводное или железо (III) хлористое 6-водное по ГОСТ 4147—74.

Железо (III) хлористое, раствор: 0,3 г безводного хлористого железа или 0,48 г 6-водного хлористого железа растворяют в 5 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и примерно 10 см^3 воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 10 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см^3.

Раствор буферный, pH 10:

70 г хлористого аммония растворяют примерно в 150 см^3 воды, смывают водой в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 570 см^3 аммиака, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, 5 %-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 10 %-ный раствор.

Эриохром черный Т, индикатор.

Индикаторная смесь: 0,5 г эриохрома черного Т и 250 г хлористого натрия растирают тщательно в фарфоровой ступке.

Магний металлический, чистотой не менее 99,99 %.

Стандартные растворы магния

Раствор А: 1,0000 г магния растворяют под часовым стеклом примерно в 200 см^3 воды и 30 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) в высоком стакане вместимостью 400 см^3. Раствор после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг магния.

Раствор Б: 100 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 6 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,2 мг магния.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной

кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 и 0,02 М растворы.

Раствор 0,05 М: 18,614 г трилона Б растворяют в 500 см³ 0,2 %-ного раствора гидроокиси натрия в высоком стакане вместимостью 800 см³. Затем подкисляют уксусной кислотой до значения pH примерно 6, контролируя индикаторной бумагой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Устанавливают титр 0,05 М раствора трилона Б: 25 см³ раствора А переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³. Добавляют примерно 110 см³ воды и 10 см³ раствора хлористого аммония и устанавливают pH раствора примерно 8—9, добавляя аммиак. Раствор нагревают до температуры 40—60 °С, добавляют 10 см³ буферного раствора и 0,2—0,3 г индикаторной смеси. Затем раствор титруют раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в синюю.

Раствор 0,02 М: 7,446 г трилона Б помещают в коническую колбу и далее поступают, как в случае приготовления 0,05 М раствора трилона Б (*или 100 см³ 0,05 М раствора трилона Б отмеряют* в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают).

Устанавливают титр 0,02 М раствора трилона Б: 25 см³ стандартного раствора магния Б переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³ и далее проводят анализ, как при установке титра 0,05 М раствора трилона Б.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в граммах магния в 1 см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса магния в титруемом стандартном растворе, г;

V — объем раствора трилона Б 0,05 М или 0,02 М, израсходованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 2,5 г (при массовой доле магния до 2,5 %) или 1 г (при массовой доле магния свыше 2,5 %) помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют примерно 5 см³ воды и накрывают часовым стеклом. Далее при осторожном охлаждении порциями добавляют 25 см³ 25 %-ного раствора гидроокиси натрия к навеске сплава массой 2,5 г и 20 см³ — к навеске сплава массой 1 г. После прекращения бурной реакции растворение сплава ускоряют слабым нагреванием и при массовой доле кремния от 2 до 3 % добавляют по каплям 2—3 см³ раствора перекиси водорода.

После завершения растворения часовое стекло и стенки стакана ополаскивают горячей водой и раствор нагревают до кипения. Затем приливают примерно 200 см³ горячей воды и 2 см³ раствора

хлористого железа (III), перемешивают и дают отстояться в тепле в течение 1 ч.

Раствор с осадком фильтруют через фильтр средней плотности и промывают 3—5 раз горячим 0,2 %-ным раствором гидроокиси натрия и дважды горячей водой.

2.3.2. При массовой доле кремния свыше 3 % навеску сплава массой 2,5 г помещают в высокий стакан вместимостью 400 см³ и накрывают часовым стеклом. Добавляют 50 см³ воды, порциями 50 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и, при необходимости, стакан охлаждают. После прекращения реакции раствор нагревают и добавляют 10 см³ раствора азотной кислоты. Раствор нагревают, не доводя до кипения, до прекращения выделения окислов азота, затем осторожно кипятят 10 мин. Далее часовое стекло и стенки стакана ополаскивают горячей водой и разбавляют горячей водой до объема 200 см³. Если полученный раствор не прозрачен, его фильтруют через фильтр средней плотности в стакан вместимостью 400 см³. Фильтр промывают 8—10 раз горячим раствором соляной кислоты (1:100). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель и высушивают в сушильном шкафу при 120 °С. Затем фильтр озоляют при температуре не более 550 °С, во избежание потерь магния, не допуская его вспыхивания. После охлаждения в тигель добавляют 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 2 см³ раствора серной кислоты и по каплям раствор азотной кислоты до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха и осадок прокаливают при температуре не более 700 °С. После охлаждения содержимое тигля смачивают несколькими каплями воды и добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Далее раствор слегка нагревают и, при необходимости, фильтруют, а затем объединяют с основным раствором. Если содержание магния 1,5 % или менее, для дальнейшего определения используют весь раствор, при этом объем раствора выпаривают до объема примерно 100 см³. При массовой доле магния свыше 1,5 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора отбирают согласно табл. 1 и переносят в стакан вместимостью 400 см³.

Таблица 1

Массовая доля магния, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Применяемый для титрования раствор трилона Б, М
От 0,1 до 1,5	Весь раствор	0,02
Св. 1,5 » 3,5	200	0,05
» 3,5 » 7,0	100	0,05
» 7,0 » 12,0	50	0,05

Раствор разбавляют или упаривают до 100 см³ и добавляют 2,0 см³ раствора хлористого натрия. Затем раствор переносят в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 70 см³ (или 100 см³, при использовании всего основного раствора) 25 %-ного раствора гидроокиси натрия и непрерывно перемешивают. Далее добавляют 2 см³ раствора перекиси водорода (или 3 см³ при использовании всего раствора) и кипятят в течение 10 мин. Осадок фильтруют на фильтре средней плотности, промывают 4—5 раз горячим 0,2 %-ным раствором гидроокиси натрия и еще два раза водой.

2.3.3. Основную массу осадка на фильтре смывают горячей водой в стакан, в котором производилось растворение, затем фильтр обмывают смесью 30 см³ горячего раствора соляной кислоты (1:1) и 3 см³ раствора перекиси водорода. Фильтр промывают горячей водой до нейтрализации. Полученный раствор слабо кипятят в течение примерно 5 мин и в случае необходимости разбавляют или упаривают до объема примерно 100 см³. Затем добавляют 15 см³ раствора хлористого аммония и охлаждают. Далее устанавливают pH раствора до 4,5—5 25 %-ным раствором гидроокиси натрия, контролируя индикаторной бумагой, раствор смывают водой в мерную колбу вместимостью 250 см³ и, в зависимости от применяемой навески пробы (массой 2,5 и 1 г), добавляют соответственно при постоянном перемешивании 50 или 30 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Раствор с осадком доливают до метки водой и перемешивают, затем фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухой стакан. Первые порции фильтрата отбрасывают.

В зависимости от массовой доли магния отбирают аликвотную часть фильтрата в коническую колбу вместимостью 500 см³ согласно табл. 2 и титруют 0,05 или 0,02 М раствором трилона Б.

Таблица 2

Массовая доля магния, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Применяемый для титрования раствор трилона Б, М
От 0,1 до 1,0	150	0,02
Св. 1,0 » 6,0	100	0,05
» 6,0 » 12,0	50	0,05

Аликвотную часть раствора в конической колбе, при необходимости, разбавляют водой до объема примерно 150 см³ и нагревают до 40—60 °С. К раствору добавляют несколько кристаллов солянокислого гидроксиламина, 10 см³ буферного раствора и 0,2—0,3 г индикаторной смеси.

Нагретый раствор при постоянном перемешивании титруют 0,05 или 0,02 М раствором трилона Б в соответствии с табл. 1 или 2 до перехода красной окраски раствора в синюю.

2.3.4. Параллельно с проведением анализа готовят раствор контрольного опыта, используя те же реактивы, но без добавления сплава.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot V_3}{m \cdot V_4} \cdot 100,$$

где V_1 — объем 0,05 или 0,02 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

V_2 — объем 0,05 или 0,02 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

T — титр 0,05 или 0,02 М раствора трилона Б по магнию, г/см³;

V_3 — общий объем анализируемого раствора, см³;

V_4 — объем аликвотной части анализируемого раствора, отобранный для титрования, см³;

m — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля магния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,50	0,01
Св. 0,50 » 1,50	0,02
» 1,50 » 5,00	0,07
» 5,00 » 12,00	0,10

Разд. 3 (Исключен, Изм. № 1).

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции магния при длине волны 285,2 нм в пламени ацетилен — закись азота или в присутствии хлористого стронция в пламени ацетилен — воздух.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения или магния.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1:1 и 0,05 н.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см³, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Ртуть металлическая.

Никель хлористый 6-водный по ГОСТ 4038—79, 0,2 %-ный раствор.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140—74, 15 %-ный раствор.

Алюминий металлический, чистотой не менее 99,99 %, с массовой долей магния менее 0,001 %, в виде стружки (при необходимости стружку очищают непосредственно перед употреблением в ацетоне, высушивают в сушильном шкафу при 100 °С в течение 2—5 мин и оставляют для охлаждения в эксикаторе).

Растворы алюминия.

2 %-ный раствор: 20,0 г алюминиевой стружки помещают в высокий стакан вместимостью 800 см³, накрывают часовым стеклом, добавляют небольшими порциями 500 см³ раствора соляной кислоты (1:1), затем для ускорения растворения добавляют каплю ртути или 1 см³ раствора хлористого никеля. После прекращения бурной реакции раствор слегка нагревают. Затем добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят в течение 5 мин для удаления избытка перекиси водорода. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

0,1 %-ный раствор: 50,0 см³ 2 %-ного раствора алюминия отмеряют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Магний металлический, чистотой не менее 99,99 %.

Стандартные растворы магния

Раствор А: 1,0000 г магния помещают в высокий стакан вместимостью 400 см³, добавляют примерно 200 см³ воды и 30 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Накрывают часовым стеклом и при медленном нагревании растворяют. Затем часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг магния.

Раствор Б: 50 см³ раствора А отмеряют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг магния.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют примерно 30 см³ воды, накрывают часовым стеклом и порциями добавляют 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1). При необходимости для ускорения растворения раствор слегка подогревают. Затем добавляют несколько кубических сантиметров раствора перекиси водорода и избыток его удаляют слабым кипячением в течение 3—5 мин. После окончания растворения часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой и доводят объем раствора теплой водой до объема примерно 100 см³.

Если раствор не прозрачен, его фильтруют через плотный фильтр в другой стакан вместимостью 400 см³. Фильтр с осадком тщательно промывают 8—10 раз 0,05 н. горячим раствором соляной кислоты, помещают в платиновый тигель и высушивают в сушильном шкафу при 120 °С. Фильтр озоляют, не допуская его вспыхивания, при 550 °С. После охлаждения к содержимому тигля добавляют 1 см³ раствора серной кислоты, 5—10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и затем по каплям раствор азотной кислоты, пока раствор не станет прозрачным. Раствор выпаривают досуха и выдерживают при температуре 700 °С в течение 10 мин. После охлаждения содержимое тигля смачивают примерно 10 см³ горячей воды и добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор слегка нагревают, при необходимости, фильтруют, фильтр промывают горячей водой и фильтрат присоединяют к основному фильтрату.

В зависимости от массовой доли магния анализируемые растворы готовят согласно табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля магния, %	Объем раствора сплава, см³	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем разбавленной аликвотной части, см³	Объем раствора хлористого стронция, см³	Объем разбавленного раствора, см³
От 0,01 до 0,05	250	Весь раствор	—	20	250
Св. 0,05 » 0,25	500	100	250	5	1250
» 0,25 » 1,0	500	25	250	5	5000
» 1,0 » 5,0	500	5	250	5	25000
» 5,0 » 12,0	1000	5	250	5	50000

Раствор хлористого стронция следует добавлять только в случае использования пламени ацетилен — воздух.

4.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 4.3.1, используя вместо анализируемой пробы алюминий, с разбавлением аналогично анализируемому раствору пробы.

4.3.3. Для построения градуировочного графика серию градуировочных растворов готовят в зависимости от массовой доли магния.

4.3.3.1. При массовой доле магния от 0,01 до 0,05 % в шесть мерных колб вместимостью 250 см³ каждая отмеряют по 25 см³ 2 %-ного раствора алюминия и, в случае пламени ацетилен — воздух, 20 см³ раствора хлористого стронция, затем в пять из них 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 мг магния. В шестую колбу раствор Б не добавляют. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.3.2. При массовой доле магния свыше 0,05 до 0,25 % в шесть мерных колб вместимостью 250 см³ каждая отмеряют по 100 см³ 0,1 %-ного раствора алюминия и, в случае использования пламени ацетилен — воздух, 5 см³ раствора хлористого стронция, затем в пять из них 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 мг магния. В шестую колбу раствор Б не добавляют. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.3.3. При массовой доле магния свыше 0,25 до 1,0 % в шесть мерных колб вместимостью 250 см³ каждая отмеряют по 25 см³ 0,1 %-ного раствора алюминия и, в случае использования пламени ацетилен — воздух, 5 см³ раствора хлористого стронция, затем в пять из них 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 мг магния. В шестую колбу раствор Б не добавляют. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.3.4. При массовой доле магния свыше 1,0 до 12 % в девять мерных колб вместимостью 250 см³ каждая отмеряют по 5 см³ 0,1 %-ного раствора алюминия и, в случае использования пламени ацетилен — воздух, 5 см³ раствора хлористого стронция, затем в восемь из них 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 9,0 и 12,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,35; 0,45 и 0,60 мг магния. В девятую колбу раствор Б не добавляют. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

4.3.4. Включают прибор и оставляют на 20—30 мин до стабилизации. После соответствующей установки прибора в пламени распыляют при длине волны 285,2 нм растворы, приготовленные для построения градуировочного графика, затем раствор контрольного опыта и анализируемый раствор. После каждого измерения распыляют воду.

По разнице значений интенсивности излучения раствора, приготовленного без добавления стандартного раствора магния и растворов с добавлением магния, строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю магния (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса магния в аликвотной части анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса магния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — объем разбавленного анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем растворов для построения градуировочного графика, см^3;

m — масса навески сплава, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 7.

Таблица 7

Массовая доля магния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,05	0,002
Св. 0,05 » 0,10	0,005
» 0,10 » 0,50	0,01
» 0,50 » 1,50	0,02
» 1,50 » 5,00	0,07
» 5,00 » 12,00	0,10

4.4.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества сплавов.

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии гидроокиси магния с реагентом феназо. В результате этого взаимодействия оранжево-желтый цвет раствора реагента изменяется в зависимости от содержания магния от темно-красного до красно-фиолетового. Комплексное соединение стабилизируют желатином.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 20 и 2 %-ные растворы.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:5.

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

Смесь кислот, состоящая из 300 см³ соляной кислоты (1:2) и 10 см³ азотной кислоты (1:1).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 10 %-ный раствор.

Натрия-N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71,5 %-ный раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,5 %-ный свежеприготовленный раствор: 1 г сухого желатина помещают в 200 см³ холодной воды и оставляют стоять для набухания в течение часа, после чего слегка подогревают до растворения.

Феназо, 0,005 %-ный раствор: навеску реактива массой 0,01 г растворяют в нескольких каплях 20 %-ного раствора гидроокиси натрия, после чего разбавляют водой и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 200 см³, затем доливают до метки водой.

Магний металлический.

Магний, стандартный раствор: 0,2 г магния растворяют в 200 см³ соляной кислоты (1:1) и разбавляют водой до 1000 см³.

1 см³ раствора содержит 0,0002 г магния.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 1 г растворяют в 40 см³ 20 %-ного раствора гидроокиси натрия сначала без нагревания в стакане вместимостью 300 см³, а затем при нагревании. По окончании растворения к раствору приливают 200 см³ кипящей воды, нерастворившемуся остатку дают отстояться и теплый раствор фильтруют через двойной беззольный фильтр «белая лента». Стакан и остаток на фильтре промывают 5—6 раз горячим 2 %-ным раствором гидроокиси натрия. Промытый остаток вместе с фильтром переносят в стакан, где производили растворение, и заливают 30 см³ горячей смеси кислот. Фильтр разрывают стеклянной палочкой и раствор нагревают до полного растворения остатка. К полученному раствору приливают 50 см³ горячей воды и фильтруют его в мерную колбу вместимостью 250 см³ через воронку с небольшим количеством ваты. После этого промывают стакан и воронку 5—6 раз горячей водой. В колбу приливают 15 см³ раствора хлористого аммония, после чего нейтрализуют 20 %-ным раствором гидроокиси натрия до слабокислой реакции по бумаге конго, под конец проводят нейтрализацию осторожно, по каплям. Нейтрализация должна быть проведена так, чтобы цвет бумаги конго менялся от красного к сиреневому от одной капли кислоты (pH 4—4,5). К нейтрализованному раствору медленно при перемешивании приливают 80 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, объем раствора с выпавшим осадком доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Часть раствора сразу же фильтруют в чистую колбу через беззольный складчатый фильтр «белая лента», первые порции фильтрата отбрасывают. Профильтрованный раствор в количестве 50 см³ при массовой доле магния

до 0,1 %, а при массовой доле магния свыше 0,1 до 0,25 % отбирают 5 см³ отфильтрованного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора желатина, 10 см³ раствора реагента феназо и 20 см³ 20 %-ного раствора гидроокиси натрия, после чего разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность полученного окрашенного раствора замеряют на фотоэлектроколориметре, пользуясь желтым светофильтром при длине волны $\lambda = 572$ нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.3.2. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 500 см³ берут навески алюминия по 1 г.

Затем в каждый стакан добавляют стандартный раствор магния в количествах от 0,5 до 15 см³ с интервалом в 0,5 см³.

В контрольный опыт магния не прибавляют.

Подготовленные таким образом пробы растворяют в 20 см³ раствора гидроокиси натрия и далее анализ проводят по п. 5.3.1.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю магния в процентах находят по градуировочному графику.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 8.

Таблица 8

Массовая доля магния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,03	0,007
Св. 0,03 » 0,09	0,015
» 0,09 » 0,25	0,02

gost.e-ecolog.ru