

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

АЛЮМИНИЙ

Методы определения магния

ГОСТ

12697.2—77

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

Взамен
ГОСТ 12698—67
в части разд. 2

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 data введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения магния в алюминии (при массовой доле магния от 0,001 до 0,02 %).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 12697.1—77 и ГОСТ 25086—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании гидроксидом магния окрашенного абсорбционного соединения с феназо, которое фотометрируют при $\lambda = 560$ нм. Предварительно осаждают примеси, мешающие реакции.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 3 и 0,01 моль/дм³ раствор.

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

Смесь кислот; готовят следующим образом: смешивают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, с 300 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 3.

Железо металлическое, полученное карбонильным способом.

Раствор железа 1 г/дм³; готовят следующим образом: растворяют при нагревании 0,1 г железа в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, с несколькими каплями азотной кислоты и разбавляют водой до 100 см³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой долей 20 %, 2 % и 2 моль/дм³ хранят в полиэтиленовой посуде.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Спирт поливиниловый, раствор с массовой долей 0,5 %, готовят следующим образом: 1,25 г реактива помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ воды и нагревают до растворения, раствор фильтруют и после охлаждения разбавляют водой до 250 см³.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят следующим образом: 100 см³ воды помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, нагревают до 70 °C, насыпают при перемешивании 0,5 г желатина и нагревают, перемешивая до растворения. Готовят перед применением.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор с массовой долей 5 %.

Феназо, раствор с массовой долей 0,005 % в растворе гидроксида натрия 2 моль/дм³.

Индикаторная бумага конго.

Магний по ГОСТ 804—93.

Растворы магния стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 1 г металлического магния растворяют в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг магния.

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 5 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг магния.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изд. № 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску алюминия массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 50 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % и покрывают стакан часовым стеклом. После окончания бурной реакции обмывают стекло и стенки стакана водой и нагревают до растворения навески. Затем приливают 200 см³ горячей воды, 2 см³ раствора железа, перемешивают и нагревают до коагуляции осадка. Теплый раствор фильтруют через фильтр синяя лента, обмывают стакан и промывают осадок на фильтре 5—6 раз горячим раствором гидроксида натрия с массовой долей 2 %. Осадок на фильтре растворяют в 20 см³ горячей смеси кислот и промывают фильтр 5—6 раз горячей водой.

Раствор собирают в стакан, где производилось растворение, и нейтрализуют раствором гидроксида натрия, добавляя его по каплям до сиреневой окраски бумаги конго. Последние капли щелочи добавляют с интервалом 20—30 с, так как цвет бумаги конго изменяется не мгновенно. Затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, разбавляют до метки водой и перемешивают. После коагуляции осадка раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу вместимостью 100 см³. Первые порции фильтрата отбрасывают. Отбирают пипеткой 10—50 см³ раствора в зависимости от предполагаемого содержания магния в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Разбавляют раствор водой до 50 см³, приливают 5 см³ поливинилового спирта или раствора желатина, пипеткой или из бюретки добавляют 10 см³ феназо, 15 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 %, разбавляют водой до метки и перемешивают. Растворы феназо и гидроксида натрия прибавляют при перемешивании.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волн 560 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Массу магния определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ приливают из микробюретки 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0, 0,01, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,10, 0,12 мг магния, разбавляют раствор в каждой колбе до 50 см³ водой, приливают по 5 см³ поливинилового спирта или раствора желатина и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который магний не добавлялся. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным массам магния строят градуировочный график.

2.3.1, 2.3.2. (Измененная редакция, Изд. № 2).