

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Метод определения хлора

Издание официальное

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. № 78 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.7—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 851.7—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

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Метод определения хлора

Primary magnesium. Method for determination of chlorine

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает турбидиметрический метод определения хлора (при массовой доле хлора от 0,002 % до 0,010 %) в первичном магнии.

Метод основан на образовании мелкодисперсного золя хлорида серебра и последующем измерении оптической плотности раствора.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Массовую долю хлора определяют из двух параллельных навесок.

2 Аппаратура, реактивы и растворы

Колориметр фотоэлектрический.

Кислота серная — по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3.

Кислота азотная — по ГОСТ 4461, разбавленная 1:3.

Натрий хлористый — особенно чистый — по ГОСТ 4233.

Серебро азотнокислое — по ГОСТ 1277, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³; хранят в посуде из темного стекла.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Стандартные растворы хлора:

Раствор А: 1,650 г хлористого натрия, высушенного при температуре 378—388 К, растворяют в воде, 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 1 мг хлора.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,02 мг хлора.

3 Проведение анализа

3.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, смачивают водой и приливают небольшими порциями 20 см³ раствора серной кислоты (или 35 см³ раствора азотной кислоты). После полного растворения навески раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты (если растворение прово-

дилось раствором серной кислоты), 5 см³ раствора азотнокислого серебра и оставляют в темном месте на 15 мин. Затем раствор доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность при длине волны 400 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.2 Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 5 см³ азотной кислоты, добавляют 40 см³ воды, 5 см³ раствора азотнокислого серебра и далее поступают, как указано в 3.1.

3.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,10 мг хлора. Раствор восьмой колбы служит раствором контрольного опыта.

Во все колбы приливают 5 см³ раствора азотной кислоты, воды до объема 40 см³, 5 см³ раствора азотнокислого серебра и далее поступают, как указано в 3.1.

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

При построении градуировочного графика каждую градуировочную точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности.

После выполнения анализа мерные колбы кипятят в растворе аммиака для удаления с их стенок остатков хлористого серебра.

4 Обработка результатов

4.1 Массовую долю хлора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

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

m — масса навески, г.

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 1.

Таблица 1

Массовая доля хлора, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,002 до 0,004 включ.	0,0010	0,0015	0,0012
Св. 0,004 » 0,006 »	0,0015	0,0020	0,0016
» 0,006 » 0,010 »	0,0020	0,0030	0,0020

4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б.

4.4 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт и приводят результаты контроля точности.

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 1277—75	Раздел 2	ГОСТ 4233—77	Раздел 2
ГОСТ 3760—79	Раздел 2	ГОСТ 4461—77	Раздел 2
ГОСТ 4204—77	Раздел 2	ГОСТ 25086—87	1.1; 3.3; 4.3