МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения магния

Tinless bronze.
Methods for determination of magnesium

ГОСТ 15027.20—88

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.89

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения магния (при массовой доле магния от 0,05 % до 0,6 %) в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по ГОСТ 15027.1, разд. 1.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами магния, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для магния.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:10.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота по ГОСТ 9293.

Магний по ГОСТ 804.

Стандартный раствор магния: 0,1 г магния (взятого от куска, предварительно протравленного в азотной кислоте (1:10), промытого и высушенного с помощью фильтровальной бумаги) растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доливают водой до метки.

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

Лантан азотнокислый.

Стронций хлористый.

Растворы лантана или стронция: 0,31 г азотнокислого лантана или 0,30 г хлористого стронция растворяют в 20 $см^3$ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки.

1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г лантана или стронция.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,1 г растворяют при нагревании в 10 $см^3$, азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию магния при длине волны 285,2 нм в пламени ацетилен — воздух или в пламени ацетилен — закись азота параллельно с градуировочными растворами.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

2.3.2. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора магния, добавляют по 10 см³ азотной кислоты (1:1) (при анализе сплавов, содержащих алюминий, добавляют по 1,5 см³ раствора лантана или стронция) и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию магния, как указано в п. 2.3.1. По полученным значениям строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация магния, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация магния в растворе холостого опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³.

m — масса навески пробы, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

Массовая доля магния, %	d, %	D, %
От 0,05 до 0,10 »	0,008	0,02
Св. 0,10 » 0,30 »	0,015	0,04
» 0,30 » 0,60 »	0,03	0,07

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа

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

2.4.5. Атомно-абсорбционный метод применяют при разногласиях в оценке качества безоловянных бронз.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании магнием в щелочной среде с титановым желтым или с феназо соединения красно-фиолетового цвета и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:10.

Титановый желтый, раствор 0,5 г/см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³ и 2 моль/дм³.

Натрий диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор 200 г/дм³.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 5 г/дм³.

Феназо, раствор 0,05 г/дм³ в 2 моль/дм³ растворе гидроокиси натрия.

Магний по ГОСТ 804.

Стандартные растворы магния:

раствор А: 0,5 г магния (предварительно протравленного в соляной кислоте (1:10), промытого и высушенного с помощью фильтровальной бумаги) растворяют в 20 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г магния;

раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г магния.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, добавляют 20 см³ соляной кислоты (1:1) и растворяют, добавляя по каплям азотную кислоту. После растворения охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (200 г/см³) по индикаторной бумажке «конго» до слабокислой реакции.

К раствору добавляют 30 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, перемешивают, доливают до метки водой, перемешивают и оставляют на 2 ч для отстаивания осадка. Отстоявшийся раствор фильтруют в сухую коническую колбу через сухой плотный фильтр и сухую воронку, Первую порцию фильтрата (15—20 см³) отбрасывают. Отбирают аликвотную часть раствора — 50 см³ (при массовой доле от 0,05 % до 0,2 %) или 20 см³ (при массовой доле магния свыше 0,2 %) в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 или 40 см³ воды, 5 см³ раствора желатина, 10 см³ раствора феназо или 0,5 см³ раствора титанового желтого, 20 см³ раствора гидроокиси натрия, доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или (спектрофотометре при 545 нм) с желто-зеленым светофильтром $\lambda_{эфф}$ = 530 нм) в кювете длиной 5 см³. В качестве раствора сравнения используют раствор холостого опыта, проведенного через весь ход анализа.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б магния, добавляют 40 см³ воды и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который не добавляют раствор магния. По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массовым долям магния строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю магния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса магния, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески бронзы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа магния проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.03.88 № 753

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1543—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 804—93	2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 5457—75	2.2
ГОСТ 8864—71	3.2
ГОСТ 9293—74	2.2
ГОСТ 11293—89	3.2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	1.1

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

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru