МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения магния

ГОСТ 1953.14—79

Tin bronze. Methods for the determination of magnesium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения магния (от 0,005 % до 0,05 %) и атомно-абсорбционный метод определения магния (от 0,001 % до 0,05 %) в оловянных бронзах по ГОСТ 613 и ГОСТ 614.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода

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

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот для растворения; готовят следующим образом: смешивают одну часть азотной и три части соляной кислот.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм^3 и 2 моль/дм^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, растворы 20 и 200 г/дм^3.

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

Желатин, раствор 5 г/дм^3.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 8864, раствор 50 г/дм^3.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Квасцы железоаммонийные, раствор 100 г/дм³ готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см³ воды и 1 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор разбавляют водой до 100 см³.

Титановый желтый, раствор 0,5 г/дм³.

Окись магния по ГОСТ 4526.

Стандартные растворы магния. Раствор А; готовят следующим образом: 1,6584 г окиси магния, предварительно прокаленной в кварцевом тигле при (1000±50) °С в течение 1 ч, растворяют в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г магния.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г магния.

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

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 500 см³, добавляют 25 см³ смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, добавляют 150—200 см³ воды, 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов, 5 см³ раствора хлористого аммония (200 г/дм³) и аммиак до перехода меди в растворимый аммиачный комплекс. Раствор с осадком гидроокисей нагревают и выдерживают 30 мин при 60 °С для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз раствором хлористого аммония (20 г/дм³). Осадок отбрасывают. Фильтрат упаривают до объема 250 см³, охлаждают и нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до pH 4—4,5 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и при перемешивании добавляют 160 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Раствор разбавляют водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют на 4—5 ч для отстаивания осадка (можно оставить на ночь). Отстоявшийся раствор фильтруют в сухую коническую колбу через сухой плотный фильтр и сухую воронку, отбрасывая первую порцию фильтрата (15—20 см³) и ополаскивая им колбу.

Аликвотную часть раствора объемом 200 см³ при содержании магния от 0,005 % до 0,02 % и 100 см³ при большем содержании магния помещают в стакан вместимостью 250 см³ и упаривают при слабом нагревании до объема 40—45 см³, а затем переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 5 см³ раствора желатина, 10 см³ раствора Феназо или 5 см³ раствора титанового желтого, 20 см³ раствора гидроокиси натрия (200 г/дм³), доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром или в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см на спектрофотометре при 540 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б магния, разбавляют водой до 50 см³, добавляют 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — количество магния, найденное по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в таблице.

Массовая доля магния, %	d, %	D, %
От 0,001 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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. 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, указанных в таблице.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, или по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.3, 4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами магния, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для магния.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Смесь кислот: смешивают азотную кислоту с соляной в соотношении 1:3.

Магний по ГОСТ 804.

Стандартные растворы магния.

Раствор А: 0,1 г магния растворяют при нагревании 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 А содержит 0,0001 г магния.

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

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г магния.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию магния в пламени ацетилен-воздух при длине волны 285,2 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 1,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора магния Б и 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см^3 раствора магния А. Во все колбы приливают по 10 см^3 смеси кислот и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию магния, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация магния, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых определений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в таблице.

5.4.3. 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, указанных в таблице.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа, проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.5. Атомно-абсорбционный метод применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.14—76

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	4.4; 5.4.4	ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 4461—77	2; 5.2
ГОСТ 804—93	5.2	ГОСТ 4526—75	2
ГОСТ 1953.1—79	1.1	ГОСТ 5456—79	2
ГОСТ 3118—77	2; 5.2	ГОСТ 8864—71	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 25086—87	1.1; 4.4; 5.4.4
ГОСТ 3773—72	2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru