

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/дм³ и 2 моль/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, растворы 20 и 200 г/дм³.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³.

Желатин, раствор 5 г/дм³.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 8864, раствор 50 г/дм³.

Квасцы железомонийные, 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.

Оксид магния по ГОСТ 4526.

Стандартные растворы магния. Раствор А; готовят следующим образом: 1,6584 г оксида 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.

Феназол, раствор 0,05 г/дм³ в 2 моль/дм³ растворе гидроксида 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 железомонийных квасцов, 5 см³ раствора хлористого аммония (200 г/дм³) и аммиак до перехода меди в растворимый аммиачный комплекс. Раствор с осадком гидроксида 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 рН 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 гидроксилamina, 5 см³ раствора желатина, 10 см³ раствора Феназола или 5 см³ раствора титанового желтого, 20 см³ раствора гидроксида натрия (200 г/дм³), доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см на фотолектроколориметре 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 гидроксилamina 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, %	<i>d</i> , %	<i>D</i> , %
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 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г магния.

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

1 см³ 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 см³ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 см³ помещают 1,0 и 5,0 см³ стандартного раствора магния Б и 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ раствора магния А. Во все колбы приливают по 10 см³ 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/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

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.

С. 4 ГОСТ 1953.14—79

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)