

## БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

## Метод определения магния

Tin bronze. Method for the determination  
of magnesiumГОСТ  
1953.14—79\*Взамен  
ГОСТ 1953.14—76

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1979 г. № 3899 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения магния (от 0,005 до 0,05 %).

Метод основан на образовании магнием в щелочной среде с титановым желтым соединения розового цвета и измерении образовавшейся окраски.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 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—79.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

\* Переиздание, июнь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1983 г.; Пост. № 899 от 22.02.83 (ИУС 6—83)

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, растворы 20 и 200 г/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Желатин, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

Диэтилдитиокарбаминат натрия по ГОСТ 8864—71, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют при нагревании в 70 см<sup>3</sup> воды и 1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Титановый желтый, раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

Оксид магния по ГОСТ 4526—75.

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 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г магния.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г магния.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, добавляют 150—200 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> раствора железоаммонийных квасцов, 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония (200 г/дм<sup>3</sup>) и аммиак до перехода меди в растворимый аммиачный комплекс. Раствор с осадком гидроксидов 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/дм<sup>3</sup>). Осадок отбрасывают. Фильтрат упаривают до объема 250 см<sup>3</sup>, охлаждают и нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до рН 4—4,5 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и при перемешивании добавляют 160 см<sup>3</sup> 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 ко-

ническую колбу через сухой плотный фильтр и сухую воронку, отбрасывая первую порцию фильтрата (15—20 см<sup>3</sup>) и ополаскивая им колбу.

Аликвотную часть раствора объемом 200 см<sup>3</sup> при содержании магния от 0,005 до 0,02 % и 100 см<sup>3</sup> при большем содержании магния помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и упаривают при слабом нагревании до объема 40—45 см<sup>3</sup>, а затем переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксилamina, 5 см<sup>3</sup> раствора титанового желтого, 20 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, 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.

### 3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б магния, разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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. Абсолютные допускаемые расхождения ( $Y$ ) результатов анализа в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,0005 + 0,05X,$$

где  $X$  — массовая доля магния в сплаве, %.

# Изменение № 2 ГОСТ 1953.14—79 Бронзы оловянные. Метод определения магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.08.90 № 2415

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводную часть изложить в новой редакции: «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—79 и ГОСТ 614—73».

Пункт 1.1. Заменить слова: «по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях» на «по ГОСТ 25086—87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1—79».

Стандарт дополнить абзацами (после разд. 1):

## «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».

Раздел 2. Седьмой абзац дополнить словами: «и 2 моль/дм<sup>3</sup>»; одиннадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 4205—77.

Раздел 2 дополнить абзацем: «Феназо, раствор 0,05 г/дм<sup>3</sup> в 2 моль/дм<sup>3</sup> растворе гидроксида натрия».

Пункт 3.1. Второй абзац после слова «гидроксиламина» дополнить словами: «5 см<sup>3</sup> раствора желатина, 10 см<sup>3</sup> раствора Феназо или»; после слова «натрия» дополнить значением: (200 г/дм<sup>3</sup>).

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «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 до 0,02 »	0,001	0,001
» 0,02 » 0,05 »	0,002	0,003

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3, 4.4:

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 утвержденных по ГОСТ 8.315—78, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделом — 5:

## «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—77 и разбавленная 1:1.

(Продолжение см. с. 90)

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

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

Магний по ГОСТ 804—72.

Стандартные растворы магния

Раствор А: 0,1 г магния растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г магния.

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> помещают 1,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора магния Б и 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> раствора магния А. Во все колбы приливают по 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;  
 $V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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—78, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87.

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

(ИУС № 11 1990 г.)