

**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 гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм<sup>3</sup> и 2 моль/дм<sup>3</sup>.

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

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

Желатин, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

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

## С. 2 ГОСТ 1953.14—79

Квасцы железоммонийные, 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.

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.

Феназо, раствор 0,05 г/дм<sup>3</sup> в 2 моль/дм<sup>3</sup> растворе гидроокиси натрия.

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

### 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 железоммонийных 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 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/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 коническую 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 гидроксиламина, 5 см<sup>3</sup> раствора желатина, 10 см<sup>3</sup> раствора Феназо или 5 см<sup>3</sup> раствора титанового желтого, 20 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия (200 г/дм<sup>3</sup>), 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 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 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 допустимых 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<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.

## 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)**