

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения магния

ГОСТ

15027.20—88

Tinless bronze.

Methods for determination of magnesium

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 пропаренного в азотной кислоте (1:10), промытого и высущенного с помощью фильтровальной бумаги) растворяют в 10 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г магния.

Лантан азотокислый.

Стронций хлористый.

Растворы лантана или стронция: 0,31 г азотокислого лантана или 0,30 г хлористого стронция растворяют в 20 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ 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 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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.

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 дигтилдитиокарбамата 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 аликовенную часть раствора — 50 см³ (при массовой доле от 0,05 % до 0,2 %) или 20 см³ (при массовой доле магния выше 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 $\lambda_{\text{эфф}} = 530 \text{ нм}$ 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 аликовой 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