

ГОСТ 25284.8—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); Межгосударственным техническим комитетом МТК 107

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия Республика Молдова Российская Федерация Украина	Госстандарт Белоруссии Молдовастандарт Госстандарт России Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1997 г. № 204 межгосударственный стандарт ГОСТ 25284.8—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.8—84

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ**Методы определения кремния**

Zinc alloys.
Methods for determination of silicon

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает фотометрические методы определения кремния с аскорбиновой кислотой (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,1 %) и сернокислым железом (II) (при массовой доле кремния от 0,005 до 0,04 %) в пробах этих сплавов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 859—78 Медь. Марки
- ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4148—78 Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 9428—73 Кремний (IV) оксид. Технические условия
- ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 25284.8—95

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20478—75 Аммоний надсерноокислый. Технические условия

ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0.

4 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТОЙ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ КРЕМНИЯ ОТ 0,01 ДО 0,1 %)

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании желтой формы кремнемолибденовой кислоты при рН 1 — 2, восстановлении ее аскорбиновой кислотой до синей формы и измерении оптической плотности полученного раствора при длине волны 675 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 4 моль/дм³ : 225 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ осторожно, тонкой струей при перемешивании и охлаждении приливают в стакан вместимостью 1 дм³, содержащий 500 см³ воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Цинк по ГОСТ 3640.

Медь марки МО по ГОСТ 859.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069.

Кислота борная по ГОСТ 9656, насыщенный раствор: к 60 г борной кислоты приливают 1 дм³ воды и перемешивают. Полученную систему «насыщенный раствор борной кислоты — кристаллическая борная кислота» хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммония молибдат по ГОСТ 3765, перекристаллизованный раствор 50 г/дм³: 50 г тонкоизмельченного молибдата аммония прибавляют малыми порциями к 700—800 см³ кипящей воды, перемешива-

ют до полного растворения и охлаждают. При появлении белой мути прибавляют по каплям аммиак до ее растворения, но не более чем до появления слабого запаха аммиака. Объем раствора доводят водой до 1 дм³. После суточного стояния раствор фильтруют через двойной фильтр. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Для перекристаллизации 250 г молибдата аммония помещают в стакан вместимостью 1 дм³, приливают 400 см³ воды, нагревают до температуры 80 °С, растворяют при перемешивании, добавляют аммиак до появления явного запаха аммиака и горячий раствор фильтруют через плотный фильтр («синяя лента») в стакан, содержащий 300 см³ этанола.

Раствор охлаждают до 10 °С и дают ему отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсасывая маточный раствор через фильтр средней плотности («белая лента»).

Кристаллы промывают 2—3 раза этанолом порциями по 30 см³, после чего их равномерно распределяют на листе фильтровальной бумаги, прикрывают вторым листом и высушивают на воздухе.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Этанол ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрия карбонат безводный по ГОСТ 83.

Кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния

Раствор А: 0,1070 г оксида кремния (IV), предварительно прокаленного в муфельной печи при температуре 1000°С в течение 30 мин, помещают в платиновый тигель, добавляют 3 г карбоната натрия и сплавляют при 700—750°С до получения прозрачной массы.

После охлаждения до комнатной температуры плав выщелачивают водой, полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см³ раствора А содержит 0,00005 г кремния.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед применением и хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см³ раствора Б содержит 0,000005 г кремния.

Кислота аскорбиновая медицинская, раствор 50 г/дм³, свежеприготовленный.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую, фторопластовую чашку или чашку из стеклоуглерода и растворяют в 12 см³ раствора азотной кислоты при слабом нагревании, накрыв чашку крышкой. После осветления раствора чашку снимают с плиты и прибавляют 10 капель фтористоводородной кислоты. Добавляют в чашку 30 см³ насыщенного раствора борной кислоты, 50 см³ воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,05 %) или в мерную колбу вместимостью 200 см³, содержащую 30 см³ насыщенного раствора борной кислоты (при массовой доле кремния свыше 0,05 %). Раствор в колбе доводят до метки водой и перемешивают. Одновременно проводят контрольный опыт.

4.3.2 Две аликвотные части раствора по 10 см³ переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³. Раствор в одной колбе доливают до метки водой и перемешивают (раствор сравнения). Во вторую колбу приливают воды до объема приблизительно 40 см³, устанавливают рН 1 — 2 по рН-метру или универсальной индикаторной бумаге с помощью раствора серной кислоты (4 моль/дм³), добавляют 1 см³ раствора молибдата аммония, перемешивают и оставляют на 10 мин, добавляют 2 см³ раствора серной кислоты (4 моль/дм³), перемешивают, прибавляют 1 см³ аскорбиновой кислоты, доводят до метки водой и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 675 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см.

4.3.3. Для построения градуировочного графика навеску смеси в соответствии с таблицей 1 помещают в платиновую, фторопластовую чашку или чашку из стеклоуглерода и растворяют в 12 см³ раствора азотной кислоты при нагревании, накрыв чашку крышкой.

Таблица 1

Элемент	Масса навески, г
Цинк	0,9
Алюминий (при массовой доле в сплаве до 4,5 %)	0,04
Алюминий (при массовой доле в сплаве свыше 4,5)	0,1
Медь (при массовой доле в сплаве до 2 %)	0,015
Медь (при массовой доле в сплаве свыше 2 %)	0,05

После растворения меди и цинка чашку снимают с плиты, добавляют 10 капель фтористоводородной кислоты и нагревают до полного

растворения алюминия. Чашку снимают с плиты, добавляют 10 см³ насыщенного раствора борной кислоты, 50 см³ воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 20 см³ насыщенного раствора борной кислоты, доливают раствор до метки водой и перемешивают. В шесть мерных колб вместимостью 50 см³ каждая помещают по 10 см³ раствора смеси, в пять из них прибавляют 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, доливают водой до объема приблизительно 40 см³ и далее поступают, как указано в 4.3.2.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю кремния X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_2}{m \cdot V_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса кремния в аликвотной части пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса кремния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г;

$V_1 = 10$ — аликвотная часть раствора, см³;

$V_2 = 100$ или 200 — объем раствора пробы, см³.

4.4.2 Расхождение между результатами параллельных определений и результатами анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля кремния	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений кремния	результатов анализа кремния
От 0,01 до 0,05 включ.	0,004	0,006
Св. 0,05 » 0,1 »	0,02	0,03

5 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С СУЛЬФАТОМ ЖЕЛЕЗА (II) (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ КРЕМНИЯ ОТ 0,005 ДО 0,04 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на образовании желтой формы кремнемолибденовой кислоты в кислой среде, восстановлении ее раствором сульфата железа (II) до синей формы и измерении оптической плотности полученного раствора при длине волны 675 нм. Определению кремния мешают фосфат- и арсенат-ионы.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 3, 1 : 4 и 1 : 99.

Аммония молибдат по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор 50 г/дм³. Готовят в соответствии с 4.2.

Железа (II) сульфат по ГОСТ 4148, раствор 40 г/дм³ : 40 г соли растворяют в 500 см³ воды, смешивают с 500 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 4.

Аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478, раствор 10 г/дм³, свежеприготовленный.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм³. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия карбонат безводный по ГОСТ 83.

Кремния (IV)оксид по ГОСТ 9428.

Стандартный раствор кремния (IV):

0,1070 г оксида кремния (IV), предварительно прокаленного в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение 30 мин, помещают в платиновый тигель и сплавляют с 2 г безводного карбоната натрия в муфельной печи при температуре 700—750 °С до получения прозрачной массы. После охлаждения до комнатной температуры плав выщелачивают водой, полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г кремния.

Цинк по ГОСТ 3640.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску сплава массой 2 г помещают в платиновую, фторопластовую чашку или чашку из стеклоуглерода и растворяют в 40 см³ раствора азотной кислоты. Раствор нагревают до удаления оксидов азота, прибавляют 5 см³ раствора персульфата аммония и кипятят еще 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

5.3.2 Аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 10 см³ раствора серной кислоты (1:99), прибавляют по каплям раствор гидроксида натрия до рН 1,6 по рН-метру. Прибавляют 5 см³ раствора молибдата аммония, перемешивают. Через 3 мин добавляют 10 см³ раствора серной кислоты (1 : 3) и через 1 мин разбавляют до метки раствором сульфата железа (II). Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 675 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, в который не добавляют раствор молибдата аммония.

5.3.3 Для построения градуировочного графика в шесть платиновых, фторопластовых чашек или чашек из стеклоуглерода помещают навески цинка массой 2 г. В пять чашек последовательно приливают 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 9,0 см³ стандартного раствора кремния, 40 см³ раствора азотной кислоты и далее поступают, как указано в 5.3.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю кремния X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_1 — масса кремния в аликвотной части пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$V_1 = 5$ — объем аликвотной части раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г;

$V = 100$ — объем раствора пробы, см³.

5.4.2 Расхождение между результатами параллельных определений и результатами анализа не должно превышать допусковых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

Массовая доля кремния	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений кремния	результатов анализа кремния
От 0,005 до 0,01 включ.	0,0015	0,0023
Св. 0,01 » 0,04 »	0,004	0,006

УДК 669.55 : 543.28.06 · 006.354 МКС 71.040.40 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинковые сплавы, кремний, фотометрический метод, аскорбиновая кислота, сульфат железа (II)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.09.97. Подписано в печать 12.11.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 311 экз. С959. Зак. 691.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102