ГОСТ 851.2—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1. РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2. ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3—93 от 17.02.93)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20.02.96 № 73 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.2—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4. ВЗАМЕН ГОСТ 851.2—87

© ИПК Издательство стандартов, 1996

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

УДК 669.721.001.4:006.354 Группа В59

ГОСТ 851.2—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения кремния

Primary magnesium.
Methods for determination of silicon

ОКСТУ 1709 ОКС 77.100

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения кремния (при массовой доле кремния от 0,002 % до 0,060 %) в первичном магнии.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Массовую долю кремния определяют из двух параллельных навесок.

1.3. При построении градуировочного графика каждую точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности.

1.4. При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт, указывают метод определения, а также метод и результаты контроля точности.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ КРЕМНИЯ ОТ 0,002 % ДО 0,020 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет восстановленного кремний-молибденового комплексного соединения с последующим измерением оптической плотности раствора.

Издание официальное

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Иономер или pH-метр.

Кислота серная — по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:3, 1:240 и раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

Аммоний молибденовокислый — по ГОСТ 3765 перекристаллизованный, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3, хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний надсернокислый — по ГОСТ 20478, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее X, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Натрий углекислый — по ГОСТ 83.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Магний сернокислый 7-водный — по ГОСТ 4523, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм^3.

Кремния двуокись — по ГОСТ 9428, предварительно прокаленная при температуре 1273 К.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы кремния:

Раствор А: 0,214 г диоксида кремния сплавляют в платиновом тигле с 5 г углекислого натрия при температуре 1273 К в течение 30 мин. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой чашке. Раствор охлаждают до комнатной температуры, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде с плотно закрывающейся полиэтиленовой крышкой.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг кремния.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг кремния.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, накрывают часовым стеклом, добавляют 20 см^3 раствора надсернокислого аммония. Через 10 мин после прекращения бурной

реакции добавляют 5 см³ раствора серной кислоты (1:3). Кислоту доливают медленно (при перемешивании) небольшими порциями (по 0,5 см³).

После растворения навески стенки стакана моют 5—10 см³ воды и ставят на кипящую водяную баню на 30 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до объема 50 см³ и устанавливают pH (1,4 ± 0,1) с помощью раствора серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ или раствора аммиака (pH раствора контролируют иономером).

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, стенки стакана смывают 10 см³ воды, добавляя 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и через 15 мин — 10 см³ раствора серной кислоты (1:1). Через 15 мин добавляют 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и доливают до метки водой. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 810 нм на спектрофотометре или от 630 нм до 750 нм на фотоэлектрическом колориметре. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Окраска комплексного соединения устойчива в течение 1 ч.

2.3.2. Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 50 см³ раствора серной кислоты (1:240), 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в девять стаканов вместимостью 100 см³ помещают по 20 см³ раствора сернокислого магния, в восемь из них прибавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,060; 0,080; 0,100 мг кремния. Раствор девятого стакана является раствором контрольного опыта.

Прибавляют во все стаканы по 50 см³ раствора серной кислоты (1:240), устанавливают pH (1,4 ± 0,1) с помощью раствора серной кислоты, с молярной концентрацией 1 моль/дм³ или раствора аммиака, растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, смывая стенки стакана 10 см³ воды, добавляют по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4. Обработка результатов анализа

2.4.1. Массовую долю кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

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

m — масса навески, г.

2.4.2. Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,0015	0,0012
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,0030	0,0020
» 0,010 » 0,020 »	0,003	0,0050	0,0040

2.4.3. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086. Добавками является стандартный раствор Б.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОТ 0,005 % ДО 0,060 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет кремний-молибденового комплексного соединения с последующим измерением оптической плотности раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Кислота серная — по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Аммоний молибденовокислый — по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3, хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний надсернокислый — по ГОСТ 20478.

Магний сернокислый — 7-водный — по ГОСТ 4523, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм^3.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы кремния:

Раствор А: готовят по п. 2.2.

Раствор Б. 50 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,05 мг кремния.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200 см^3, добавляют 25 см^3 воды, стакан помещают в холодную воду и добавляют небольшими порциями (по 0,5 см^3) 7,5 см^3 раствора серной кислоты (1:4). После полного растворения навески добавляют 1 см^3 раствора серной кислоты (1:4) и 0,1 г надсернокислого аммония. Через 10 мин содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Окраска комплексного соединения устойчива в течение 1 ч.

3.3.2. Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 25 см^3 воды, добавляют 1 см^3 раствора серной кислоты (1:4), 0,1 г надсернокислого аммония и через

10 мин — 5 см³ раствора молибденовокислого аммония. Далее поступают, как указано в п. 3 3 1.

3.3.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,025, 0,050, 0,100, 0,150, 0,200; 0,250; 0,300 мг кремния.

Раствор восьмой колбы является раствором контрольного опыта.

Во все колбы прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты (1.4), 20 см³ раствора сернокислого магния, 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4. Обработка результатов анализа

3.4.1. Массовую долю кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \ 100}{m}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса кремния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г,

m — масса навески, г.

3.4.2. Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа для одной и той же пробы, полученные в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в таблице 2

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Характеристика погрешности определений %		
	d_2	D	Δ
От 0,005 до 0,015 включ	0,002	0,003	0,002
Св 0,015 » 0,060 »	0,003	0,005	0,004

3.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.2; 3.2
ГОСТ 83—79	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 3765—78	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4523—77	2.2; 3.2
ГОСТ 9428—73	2.2
ГОСТ 20478—75	2.2; 3.2
ГОСТ 25086—87	1.1; 2.3.3; 2.4.3; 3.3.3; 3.4.3
Государственная фармакопея X	2.2

gost.e-ecolog.ru