Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения кремния

Magnesium alloys.
Method for determination of silicon

ГОСТ 3240.8—76

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,003 до 0,6 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения кремния с молибденовокислым аммонием при pH 1,35—1,50 с последующим восстановлением комплекса аскорбиновой кислотой. Окрашенный раствор фотометрируют при λ_{max} = 680 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр, снабженный стеклянным электродом.

Бром по ГОСТ 4109.

Вода бромная, раствор, насыщенный при 15—18 °С.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы с молярной концентрацией c ($1/2\ H_2SO_4$) = = 1 моль/дм^3 (1 М) и 10 моль/дм^3 (10 М).

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией c ($1/2\ H_2SO_4$) = 10 моль/дм^3 (10 М): к 700 см^3 воды добавляют 280 см^3 серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией c ($1/2\ H_2SO_4$) = 1 моль/дм^3 (1 М): 100 см^3 10 М раствора серной кислоты разбавляют водой до 1 дм^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656, насыщенный при 20 °С раствор; готовят следующим образом: 40 г борной кислоты растворяют в горячей воде, разбавляют примерно до 900 см^3, охлаждают, разбавляют до объема 1 дм^3 и перемешивают.

Аммоний фтористый, 5 %-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный; готовят следующим образом: 140 г молибденовокислого аммония растворяют в 1 дм^3 воды. При необходимости перед применением отфильтровывают. pH раствора должно быть около 7.

Магний степени чистоты 99,99 % по ГОСТ 804, раствор; готовят следующим образом: 10,0 г магния помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 200 см^3 воды и небольшими порциями 140 см^3 1 М раствора серной кислоты. По окончании растворения раствор кипятят в течение 5 мин.

Раствор охлаждают, переносят с промывной водой в мерную колбу вместимостью 1 дм^3. Стакан ополаскивают, раствор разбавляют водой до метки и перемешивают.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Калий углекислый безводный по ГОСТ 4221.

Кислота винная по ГОСТ 5817, 30 %-ный раствор.

Эксикаторы по ГОСТ 25336.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный свежеприготовленный раствор.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428, тонкоизмельченная, предварительно прокаленная при 1000 °С до постоянной массы и охлажденная в эксикаторе.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А; готовят следующим образом: в платиновом тигле взвешивают 0,2140 г двуокиси кремния, добавляют 2 г смеси равных количеств безводного углекислого натрия и безводного углекислого калия. Хорошо перемешивают платиновым шпателем и осторожно расплавляют до получения прозрачной массы. Плав охлаждают, растворяют в горячей воде и переливают раствор в пластмассовый стакан. Тигель промывают водой и промывные воды присоединяют к основному раствору. Затем раствор разбавляют водой примерно до 700 $см^3$, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 50 $см^3$ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Для приготовления растворов и для проведения анализа используют бидистиллированную воду.

Растворы и реактивы, за исключением бромной воды, следует хранить в полиэтиленовых сосудах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава берут в зависимости от массовой доли кремния в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески сплава, г	Аликвотные части раствора, $см^3$	Количество реактивов для растворения пробы, $см^3$	
			Бромная вода	Серная кислота
От 0,003 до 0,05	1	50	75	14
Св. 0,05 » 0,6	0,5	10	50	30

Навеску помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют бромную воду, а затем небольшими порциями при охлаждении добавляют 10 М раствор серной кислоты в количествах, указанных в табл. 1. Во время растворения бромную воду надо подливать таким образом, чтобы раствор был всегда окрашен. Прокипятив раствор до удаления брома, его разбавляют водой примерно до 100 $см^3$ и переливают в пластмассовый стакан вместимостью 300 $см^3$. Стакан, в котором проводили растворение, промывают водой и промывные воды присоединяют к основному раствору, затем добавляют 5 $см^3$ раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70 °С. После этого добавляют 50 $см^3$ раствора борной кислоты и перемешивают.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор переливают в пластмассовый стакан и отбирают две аликвотные части, количества которых указаны в табл. 1. Одну из аликвотных частей переносят в стакан вместимостью 100 $см^3$ и при необходимости разбавляют до 50 $см^3$.

К аликвотной части, находящейся в стакане, добавляют 5 $см^3$ молибденовокислого аммония и перемешивают, pH раствора проверяют с помощью pH-метра (значение pH должно быть равно 1,35—1,50). При необходимости, значение pH корректируют, добавляя 1 М раствор серной кислоты из бюретки. После каждой добавки раствор перемешивают. Затем доводят объем раствора до 65 $см^3$ и еще раз проверяют pH.

К соответствующей аликвотной части, находящейся в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, добавляют 1 н. раствор серной кислоты в количестве, указанном в предварительном опыте при контроле pH, разбавляют, если необходимо, до 60 $см^3$ и перемешивают, затем добавляют 5 $см^3$ раствора

молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 10 мин. После этого добавляют 5 см^3 раствора винной кислоты, 10 см^3 10 н. раствора серной кислоты и 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при λ_{max} = = 680 нм, пользуясь соответствующими кюветами.

Параллельно проводят контрольный опыт с использованием реактивов, количества которых указаны в табл. 2.

Таблица 2

Масса навески, г	Количество бромной воды, см^3	Количество 10 н. раствора серной кислоты, см^3
1	75	5
0,5	50	25

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

3.2.1. Построение градуировочного графика для навески массой 1 г

В восемь пластмассовых стаканов вместимостью по 250 см^3 каждый вводят по 100 см^3 раствора сернокислого магния, содержащего 1 г магния, затем приливают 0; 3,0; 5,0; 7,0 и 9,0 см^3 раствора Б и 1,0; 3,0 и 5,0 см^3 раствора А, что соответствует 0; 0,03; 0,05; 0,07; 0,09; 0,10; 0,30; 0,50 мг кремния.

После этого в каждый стакан добавляют по 5 см^3 раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70 °С, затем добавляют 50 см^3 раствора борной кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры и переливают растворы в мерные колбы вместимостью по 250 см^3. Стаканы ополаскивают, промывные воды присоединяют к основному раствору, после чего разбавляют до метки водой, перемешивают и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

3.2.2. Построение градуировочного графика для навески массой 0,5 г

В шесть пластмассовых стаканов вместимостью по 250 см^3 каждый вводят по 50 см^3 раствора сернокислого магния, содержащего 0,5 г магния, 25 см^3 10 М раствора серной кислоты и 0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0 и 30,0 см^3 стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,25; 0,50; 1,00; 2,50 и 3,00 мг кремния.

Растворы разбавляют до 100 см^3, вводят в каждый стакан по 5 см^3 раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70 °С.

Затем добавляют 50 см^3 борной кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры, переливают растворы в мерные колбы вместимостью по 250 см^3, доливают до метки водой, перемешивают и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов строят градуировочные графики.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1},$$

где m — масса кремния, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 3

Массовая доля кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,003 до 0,009	0,0015
Св. 0,009 » 0,02	0,0025
» 0,02 » 0,06	0,005
» 0,06 » 0,20	0,010
» 0,20 » 0,60	0,03

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли кремния от 0,003 до 0,6 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, а также отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли кремния методом добавок.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889

3. ВЗАМЕН ГОСТ 3240—56 в части разд. IV

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8.315—97	Разд. 5	ГОСТ 4221—76	Разд. 2
ГОСТ 83—79	Разд. 2	ГОСТ 5817—77	Разд. 2
ГОСТ 804—93	Разд. 2	ГОСТ 9428—73	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 9656—75	Разд. 2
ГОСТ 3765—78	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	Разд. 5
ГОСТ 4109—79	Разд. 2	ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)

gost.e-ecolog.ru