ГОСТ 25284.8—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

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	Госстандарт Белоруссии
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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

Издание официальное

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 надсернокислый. 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 pH 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/дм^3 : 225 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 осторожно, тонкой струей при перемешивании и охлаждении приливают в стакан вместимостью 1 дм^3, содержащий 500 см^3 воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, 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 дм^3 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/дм^3: 50 г тонкоизмельченного молибдата аммония прибавляют малыми порциями к 700—800 см^3 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 $дм^3$. После суточного стояния раствор фильтруют через двойной фильтр. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Для перекристаллизации 250 г молибдата аммония помещают в стакан вместимостью 1 $дм^3$, приливают 400 $см^3$ 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 $см^3$ 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 $см^3$, 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 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,00005 г кремния.

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

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,000005 г кремния.

Кислота аскорбиновая медицинская, раствор 50 $г/дм^3$, 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 см^3 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 см^3 насыщенного раствора борной кислоты, 50 см^3 воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,05 %) или в мерную колбу вместимостью 200 см^3, содержащую 30 см^3 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 см^3 переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3. Раствор в одной колбе доливают до метки водой и перемешивают (раствор сравнения). Во вторую колбу приливают воды до объема приблизительно 40 см^3, устанавливают pH 1 — 2 по pH-метру или универсальной индикаторной бумаге с помощью раствора серной кислоты (4 моль/дм^3), добавляют 1 см^3 раствора молибдата аммония, перемешивают и оставляют на 10 мин, добавляют 2 см^3 раствора серной кислоты (4 моль/дм^3), перемешивают, прибавляют 1 см^3 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 см^3 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 см^3 насыщенного раствора борной кислоты, 50 см^3 воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, содержащую 20 см^3 насыщенного раствора борной кислоты, доливают раствор до метки водой и перемешивают. В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая помещают по 10 см^3 раствора смеси, в пять из них прибавляют 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б, доливают водой до объема приблизительно 40 см^3 и далее поступают, как указано в 4.3.2.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю кремния X, %, вычисляют по формуле

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

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, см^3;

$V_2 = 100$ или 200 — объем раствора пробы, см^3.

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/дм^3. Готовят в соответствии с 4.2.

Железа (II) сульфат по ГОСТ 4148, раствор 40 г/дм^3 : 40 г соли растворяют в 500 см^3 воды, смешивают с 500 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 4.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 250 г/дм^3. 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 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см^3 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 см^3 раствора азотной кислоты. Раствор нагревают до удаления оксидов азота, прибавляют 5 см^3 раствора персульфата аммония и кипятят еще 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

5.3.2 Аликвотную часть раствора 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают 10 см^3 раствора серной кислоты (1:99), прибавляют по каплям раствор гидроксида натрия до pH 1,6 по pH-метру. Прибавляют 5 см^3 раствора молибдата аммония, перемешивают. Через 3 мин добавляют 10 см^3 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 см^3 стандартного раствора кремния, 40 см^3 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

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

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

$V_1 = 5$ — объем аликвотной части раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы; г;

$V = 100$ — объем раствора пробы, см^3.

5.4.2 Расхождение между результатами параллельных определений и результатами анализа не должно превышать допускаемых (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

gost.e-ecolog.ru