

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

ГОСТ 25284.8—84

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством путей сообщения СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. В. Великанов, В. Н. Родионова, Т. В. Пономарева, Т. А. Дубровицкая

ВНЕСЕН Министерством путей сообщения СССР

Зам. министра **А. Н. Бевзенко**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 октября 1984 г. № 3736

УДК 669.55 : 546.28.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 25284.8—84

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения кремния

Zinc alloys. Method for determination of silicon

Взамен ГОСТ 23329.7—78

ОКСТУ 17 09

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 октября 1984 г. № 3736 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,1 %) в цинковых сплавах.

Метод основан на образовании кремнемолибденовой гетерополикислоты и последующем восстановлении ее аскорбиновой кислотой. Оптическую плотность раствора молибденовой сини измеряют на фотоэлектроколориметре.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25284.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 8 н. раствор.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 2.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.
Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75.
Медь марки М0 по ГОСТ 859—78.
Алюминий марки АВ0000 по ГОСТ 11069—74.
Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1985

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5%-ный раствор.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Стандартные растворы кремния

Раствор А: 0,1070 г двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 3 г углекислого натрия. Сплав растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор переносят в полиэтиленовый сосуд.

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

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,005 мг кремния.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую, фторопластовую чашку или чашку из стеклоуглерода и растворяют в 12 см^3 азотной кислоты (1 : 2) при слабом нагревании, накрыв стеклом. После просветления раствора чашку снимают с плиты и прибавляют 10 капель фтористоводородной кислоты. Добавляют в чашку 10 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 вместимостью 200 см^3 (при массовой доле кремния от 0,05 до 0,1%). Раствор в колбе доводят до метки водой и перемешивают. Одновременно с пробами проводят контрольный опыт.

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 8 н. раствора серной кислоты, добавляют 1 см^3 раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 10 мин, добавляют 2 см^3 8 н. раствора серной кислоты, перемешивают, вводят 1 см^3 аскорбиновой кислоты, доводят до метки водой и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (область светопропускания 680 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. Из полученной оптической плотности вычитают оптическую плотность раствора контрольного опыта.

3.3. Построение градуировочного графика

Навеску массой приблизительно 1 г, содержащую 0,9 г цинка, 0,1 г алюминия и 0,015 г меди (для сплава с массовой долей меди от 1,0 до 2,0%) или 0,05 г меди (для сплава с массовой долей

меди от 4,0 до 5,5%), помещают в платиновую, фторопластовую чашку или чашку из стеклоуглерода и растворяют в 12 см³ азотной кислоты (1:2), после полного растворения и просветления раствора добавляют 10 капель фтористоводородной кислоты, 10 см³ насыщенного раствора борной кислоты, 50 см³ воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Для сплава с массовой долей кремния от 0,01 до 0,05% в серию мерных колб вместимостью 50 см³ отбирают по 10 см³ раствора и приливают 0, 1, 3, 5, 10 см³ стандартного раствора Б, доливают водой до объема приблизительно 40 см³ и далее поступают как указано в п. 3.2.

Для сплава с массовой долей кремния от 0,05 до 0,1% в серию мерных колб вместимостью 50 см³ отбирают по 5 см³ раствора и приливают 0, 5, 10, 15, 20 см³ стандартного раствора Б, доливают водой до объема приблизительно 40 см³ и далее поступают как указано в п. 3.2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X=\frac{m\cdot 100}{m_1\cdot 1000},$$

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать 0,003% при массовой доле кремния от 0,01 до 0,05% и 0,015% — при массовой доле кремния от 0,05 до 0,1%.

Редактор *Н. В. Бобкова*
Технический редактор *Н. В. Келейникова*
Корректор *А. М. Трофимова*

Сдано в наб. 16.11.84 Подп. в печ. 17.01.85 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,22 уч.-изд. л.
Тир. 16.000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1191

Изменение № 1 ГОСТ 25284.8—84 Сплавы цинковые. Метод определения кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 28.09.92 № 1275

Дата введения 01.01.93

Вводную часть после слов «восстановление аскорбиновой кислотой» дополнить словами: «или тиомочевиной».

Раздел 2 дополнить абзацами: «Кислота аскорбиновая, 1 % раствор.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—72, 10 % раствор».

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25284.8—84)

Пункт 3.2 дополнить словами: «Для восстановления желтой формы молибденово-кремневой гетероноликислоты можно использовать тиомочевину. В этом случае после выдерживания раствора в течение 10 мин в колбы приливают 5 $см^3$ серной кислоты (1:4), 5 $см^3$ тиомочевины, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой и измеряют величину оптической плотности, как в случае с аскорбиновой кислотой».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 12 1992 г.)