УДК 669.35'5:546.28.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

Методы определения кремния

ГОСТ 1652.12—77

Copper-zinc alloys.
Methods for the determination of silicon

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 1 до 5 %) и фотометрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,05 до 1 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении кремниевой кислоты осаждением ее желатином из солянокислого раствора.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 5:95.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

gost.e-ecolog.ru

Смесь кислот для растворения; готовят смещением одной части азотной кислоты и двух частей соляной кислоты.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм^3.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор 30 г/дм^3.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 20 см^3 смеси кислот. Укрепив при помощи штатива над стаканом широкую воронку (во избежание попадания пыли), раствор выпаривают досуха. Смачивают остаток 10 см^3 концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха еще два раза, каждый раз добавляя по 10 см^3 соляной кислоты и через 3—5 мин приливают 70—80 см^3 горячей воды, 5 см^3 раствора желатина и нагревают до полного растворения солей. Отфильтровывают выделившийся осадок на плотный фильтр, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают 5—8 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 5:95, до отрицательной реакции промывных вод на медь (проба с раствором железистосинеродистого калия). После этого осадок промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтрат подвергают двукратному выпариванию с соляной кислотой. Дополнительный осадок двуокиси кремния отфильтровывают и промывают горячей водой. Оба осадка вместе с фильтрами помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, добавляют 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты, высушивают и прокаливают при 1000—1050 °С в течение 30 мин, затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. К осадку в платиновом тигле прибавляют 1—2 капли воды, 1 см^3 фтористоводородной кислоты, 2—3 капли серной кислоты, осторожно выпаривают досуха и остаток прокаливают при 1000—1050 °С в течение 25 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель снова взвешивают.

Если после удаления кремниевой кислоты в тигле остается черный осадок элементарного кремния, его сплавляют с безводным углекислым натрием. Тигель помещают в стакан и плав обрабатывают серной кислотой, разбавленной 1:4. Тигель вынимают, обмывают водой и раствор выпаривают до появления белого дыма. После охлаждения добавляют 80 см^3 воды, 5 см^3 соляной кислоты и нагревают почти до кипения. Дополнительно выделенный осадок кремниевой кислоты отфильтровывают, промывают, сжигают и далее анализ ведут, как указано выше.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 0{,}4672 \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_1 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса навески сплава, г;

0,4672 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице.

Массовая доля кремния	d, %	D, %
От 0,05 до 0,10 включ.	0,1	0,014
Св. 0,10 » 0,25 »	0,015	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,0 »	0,05	0,07
» 1,0 » 5,0 »	0,08	0,1

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4.4. Контроль точности анализа проводится по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.4.1, 2.4.4.2. **(Исключены, Изм. № 3).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании кремнием с молибденом желтой кремне-молибденовой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 100 г/дм^3.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:9.

Кислота борная, насыщенный раствор. Около 60 г борной кислоты растворяют в 1000 см^3 горячей воды. Перед применением раствор охлаждают до температуры около 20 °С.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Медь марки М0 по ГОСТ 859.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 100 г/дм^3.

Кристаллический фиолетовый, водный раствор 1 г/дм^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный свежеприготовленный раствор 150 г/дм^3.

Для перекристаллизации 70 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см^3 воды при слабом нагревании (70—80 °С). Раствор фильтруют 2 раза через один и тот же плотный фильтр. Затем переносят раствор в большой стакан, охлаждают и прибавляют 250 см^3 этилового спирта. После отстаивания в течение 1 ч выделившиеся кристаллы отсасывают. Полученный молибденовокислый аммоний растворяют в воде и повторяют перекристаллизацию.

После второго отсасывания кристаллы промывают несколько раз смесью спирта с водой (5:8) и высушивают на воздухе.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 и разбавленный 5:8.

Натрий-калий углекислый.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,2143 г прокаленной двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2 г натрия-калия углекислого. Сплав выщелачивают водой и переносят в мерную колбу

вместимостью 500 см^3, до метки доливают водой и быстро переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см^3 раствора содержит 0,0002 г кремния.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до метки и быстро переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см^3 раствора содержит 0,00002 г кремния.

Раствор меди для приготовления раствора сравнения; готовят следующим образом: 1 г меди помещают в платиновую чашку, прибавляют 1 см^3 фтористоводородной кислоты, 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2. Растворение проводят при нагревании. Затем прибавляют 2,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают раствор до выделения серного ангидрида и далее до удаления свободной серной кислоты. После охлаждения соли растворяют, прибавляя небольшое количество воды, 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2, 1 см^3 фтористоводородной кислоты. Затем прибавляют 30 см^3 раствора борной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, до метки доливают водой и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску массой 0,5 г помещают в платиновый или фторопластовый тигель, прибавляют 1 см^3 фтористоводородной кислоты, 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2, и накрывают платиновой или фторопластовой крышкой. Растворение проводят при нагревании на водяной бане до 60 °С. После растворения в тигель прибавляют 10 см^3 раствора борной кислоты и переносят раствор через полиэтиленовую воронку в мерную колбу вместимостью 100 см^3, содержащую 20 см^3 раствора борной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 10 см^3 (при массовой доле кремния от 0,05 до 0,25 %), 5 см^3 (при массовой доле кремния от 0,25 до 0,5 %) или 2,5 см^3 (при массовой доле кремния от 0,5 до 1 %) помещают в стакан вместимостью 50 см^3, доливают водой до 20 см^3 и нейтрализуют аммиаком при постоянном перемешивании до pH 1,5. Устанавливают pH капельной пробой с раствором кристаллического фиолетового на белой пластинке. При значении pH меньше 1,5 капля испытуемого раствора, смешанная с каплей раствора индикатора, окрашивается в зеленый цвет; при pH, равном 1,5, окраска капли становится чисто синего цвета. Если аммиак введен в избытке, то капля имеет фиолетовый цвет. В таких случаях прибавляют азотную

кислоту, разбавленную 1:2, до получения окраски капли зеленого цвета, а затем осторожно повторяют нейтрализацию аммиаком. В раствор с pH 1,5 прибавляют 5 см^3 раствора мочевины, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. После этого вводят 5 см^3 раствора лимонной кислоты, 3 см^3 раствора ортофосфорной кислоты, смесь переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, до метки доливают водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны 400 нм в кювете с толщиной слоя 5 см относительно раствора сравнения. Раствор сравнения готовят одновременно с анализируемой пробой, беря раствор меди (см. п. 3.2) в таком же количестве, как и анализируемый раствор.

Содержание кремния находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью по 50 см^3 прибавляют по 10 см^3 раствора меди, не содержащей кремний (раствор сравнения), и последовательно вводят 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см^3 стандартного раствора Б.

Растворы разбавляют водой до 20 см^3 и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

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

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице.

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D —

воспроизводимость), не должны превышать значений, указанных в таблице.

3.4.2, 3.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.4.4. Контроль точности анализа проводится по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.4.1, 3.4.4.2. **(Исключены, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егиазарова (руководитель темы), **И.А. Воробьева**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062

3. ВЗАМЕН ГОСТ 1652.12—71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.4.4, 3.4.4
ГОСТ 83—79	2.2
ГОСТ 859—78	3.2
ГОСТ 1020—77	Вводная часть
ГОСТ 1652.1—77	1.1
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3652—69	3.2
ГОСТ 3760—79	3.2

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 3765—78	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4207—75	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 6552—80	3.2
ГОСТ 6691—77	3.2
ГОСТ 9428—73	3.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 17711—93	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4

5. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1981 г., ноябре 1987 г., декабре 1992 г. (ИУС 12—81, 2—88, 3—93)

gost.e-ecolog.ru