

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, Изд. № 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, Изд. № 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.

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

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм³.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор 30 г/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ смеси кислот. Укрепив при помощи штатива над стаканом широкую воронку (во избежание попадания пыли), раствор выпаривают досуха. Смачивают остаток 10 см³ концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха еще два раза, каждый раз добавляя по 10 см³ соляной кислоты и через 3—5 мин приливают 70—80 см³ горячей воды, 5 см³ 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, озолят, добавляют 0,5 см³ 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 см³ 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 см³ воды, 5 см³ 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/дм³.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:9.

Кислота борная, насыщенный раствор. Около 60 г борной кислоты растворяют в 1000 см³ 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/дм³.

Кристаллический фиолетовый, водный раствор 1 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный свежеприготовленный раствор 150 г/дм³.

Для перекристаллизации 70 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ 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 см³ 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 ректифицированный 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 см³, до метки доливают водой и быстро переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см³ раствора содержит 0,0002 г кремния.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и быстро переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см³ раствора содержит 0,00002 г кремния.

Раствор меди для приготовления раствора сравнения; готовят следующим образом: 1 г меди помещают в платиновую чашку, прибавляют 1 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2. Растворение проводят при нагревании. Затем прибавляют 2,5 см³ 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 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, 1 см³ фтористоводородной кислоты. Затем прибавляют 30 см³ раствора борной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ 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 см³ раствора борной кислоты и переносят раствор через полиэтиленовую воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 20 см³ раствора борной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 10 см³ (при массовой доле кремния от 0,05 до 0,25 %), 5 см³ (при массовой доле кремния от 0,25 до 0,5 %) или 2,5 см³ (при массовой доле кремния от 0,5 до 1 %) помещают в стакан вместимостью 50 см³, доливают водой до 20 см³ 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 см³ раствора мочевины, 5 см³ раствора молибденокислого аммония и оставляют на 10 мин. После этого вводят 5 см³ раствора лимонной кислоты, 3 см³ раствора ортофосфорной кислоты, смесь переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, 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 см³ прибавляют по 10 см³ раствора меди, не содержащей кремний (раствор сравнения), и последовательно вводят 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б.

Растворы разбавляют водой до 20 см³ 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 аликовотной 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)