

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 °C. 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 молибденовокислого 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 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)