

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения кремния

Magnesium alloys.
Method for determination of silicon

ГОСТ
3240.8—76

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.78
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,003 до 0,6%).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения кремния с молибденово-кислым аммонием при pH 1,35—1,50 с последующим восстановлением комплекса аскорбиновой кислотой. Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda_{\text{max}} = 680$ нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 3240.0—76.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр, снабженный стеклянным электродом.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода бромная, раствор, насыщенный при 15—18°C.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и растворы с молярной концентрацией $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³ (1 М) и 10 моль/дм³ (10 М).

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 10$ моль/дм³ (10 М): к 700 см³ воды добавляют 280 см³ серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³ (1 М): 100 см³ 10 М раствора серной кислоты разбавляют водой до 1 дм³.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный при 20°C раствор; готовят следующим образом: 40 г борной кислоты растворяют в горячей воде, разбавляют примерно до 900 см³, охлаждают, разбавляют до объема 1 дм³ и перемешивают.

Аммоний фтористый, 5%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный; готовят следующим образом: 140 г молибденовокислого аммония растворяют в 1 дм³ воды. При необходимости перед применением отфильтровывают. рН раствора должно быть около 7.

Магний степени чистоты 99,99% по ГОСТ 804—72, раствор; готовят следующим образом: 10,0 г магния помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 200 см³ воды и небольшими порциями 140 см³ 1 М раствора серной кислоты. По окончании растворения раствор кипятят в течение 5 мин.

Раствор охлаждают, переносят с промывной водой в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Стакан ополаскивают, раствор разбавляют водой до метки и перемешивают.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Калий углекислый безводный по ГОСТ 4221—76.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 30%-ный раствор.

Экдикаторы по ГОСТ 25336—82.

Кислота аскорбиновая, 2%-ный свежеприготовленный раствор.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, тонкоизмельченная, предварительно прокаленная при 1000°C до постоянной массы и охлажденная в эксикаторе.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А; готовят следующим образом: в платиновом тигле взвешивают 0,2140 г двуокиси кремния, добавляют 2 г смеси равных количеств безводного углекислого натрия в безводного углекислого калия. Хорошо перемешивают платиновым шпателем и осторожно расплавляют до получения прозрачной массы. Плав охлаждают, растворяют в горячей воде и переливают раствор в пластмассовый стакан. Тигель промывают водой и промывные воды присоединяют к основному раствору. Затем раствор разбавляют водой примерно до 700 см³ охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг кремния.

Раствор Б; готовят следующим образом: 50 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг кремния.

Для приготовления растворов и для проведения анализа используют бидистиллированную воду.

Растворы и реактивы, за исключением бромной воды, следует хранить в полиэтиленовых сосудах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава берут в зависимости от массовой доли кремния в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески сплава, г	Аликвотные части раствора, см ³	Количество реактивов для растворения пробы, см ³	
			Бромная вода	Серная кислота
От 0,003 до 0,05	1	50	75	14
Св. 0,05 » 0,6	0,5	10	50	30

Навеску помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют бромную воду, а затем небольшими порциями при охлаждении добавляют 10М раствор серной кислоты в количествах, указанных в табл. 1. Во время растворения бромную воду надо подливать таким образом, чтобы раствор был всегда окрашен. Прокипятив раствор до удаления брома, его разбавляют водой примерно до 100 см³ и переливают в пластмассовый стакан вместимостью 300 см³. Стакан, в котором производили растворение, промывают водой и промывные воды присоединяют к основному раствору, затем добавляют 5 см³ раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70°С. После этого добавляют 50 см³ раствора борной кислоты и перемешивают.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор переливают в пластмассовый стакан и отбирают две аликвотные части, количества которых указаны в табл. 1. Одну из аликвотных частей переносят в стакан вместимостью 100 см³ и при необходимости разбавляют до 50 см³.

К аликвотной части, находящейся в стакане, добавляют 5 см³ молибденовокислого аммония и перемешивают, рН раствора проверяют с помощью рН-метра (значение рН должно быть равно 1,35—1,50). При необходимости, значение рН корректируют, добавляя 1 М раствор серной кислоты из бюретки. После каждой добавки раствор перемешивают. Затем доводят объем раствора до 65 см³ и еще раз проверяют рН.

К соответствующей аликвотной части, находящейся в мерной колбе вместимостью 100 см³, добавляют 1 н. раствор серной кислоты в количестве, указанном в предварительном опыте при контроле рН, разбавляют, если необходимо, до 60 см³ и перемешивают, затем добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 10 мин. После этого добавляют 5 см³ раствора винной кислоты, 10 см³ 10 н раствора серной кислоты и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при $\lambda_{\max} = 680$ нм, пользуясь соответствующими кюветами.

Параллельно проводят контрольный опыт с использованием реактивов, количества которых указаны в табл. 2.

Таблица 2

Масса навески, г	Количество бромной воды, см ³	Количество 10 н. раствора серной кислоты, см ³
1	75	5
0,5	50	25

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

3.2.1. Построение градуировочного графика для навески массой 1 г

В восемь пластмассовых стаканов вместимостью по 250 см³ каждый вводят по 100 см³ раствора сернокислого магния, содержащего 1 г магния, затем приливают 0; 3,0; 5,0; 7,0 и 9,0 см³ раствора Б и 1,0; 3,0 и 5,0 см³ раствора А, что соответствует 0; 0,03; 0,05; 0,07; 0,09; 0,10; 0,30; 0,50 мг кремния.

После этого в каждый стакан добавляют по 5 см³ раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70°С, затем добавляют 50 см³ раствора борной кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры и переливают растворы в мерные колбы вместимостью по 250 см³. Стаканы ополаскивают, промывные воды присоединяют к основному раствору, после чего разбавляют до метки водой, перемешивают и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

3.2.2. Построение градуировочного графика для навески массой 0,5 г

В шесть пластмассовых стаканов вместимостью по 250 см³ каждый вводят по 50 см³ раствора сернокислого магния, содержащего 0,5 г магния, 25 см³ 10 М раствора серной кислоты и 0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0 и 30,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,25; 0,50; 1,00; 2,50 и 3,00 мг кремния.

Растворы разбавляют до 100 см³, вводят в каждый стакан по 5 см³ раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70°С.

Затем добавляют 50 см³ борной кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры, переливают растворы в мерные колбы вместимостью по 250 см³, доливают до метки водой, перемешивают и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов строят градуировочные графики.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1},$$

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

V — объем исходного раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части раствора, мл;

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,003 до 0,009	0,0015
Св. 0,009 » 0,02	0,0025
» 0,02 » 0,06	0,005
» 0,06 » 0,20	0,010
» 0,20 » 0,60	0,03

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли кремния от 0,003 до 0,6% используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, а также отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315—78. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086—87.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли кремния методом добавок.

Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Канаев, В. А. Коренева, М. Ф. Свиридова

- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного Комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889

- 3. ВЗАМЕН** ГОСТ 3240—56 в части разд. VI

- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—78	Разд. 5
ГОСТ 83—79	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1
ГОСТ 3765—78	Разд. 2
ГОСТ 4104—77	Разд. 2
ГОСТ 4221—76	Разд. 2
ГОСТ 4518—75	Разд. 2
ГОСТ 5817—77	Разд. 2
ГОСТ 9428—73	Разд. 2
ГОСТ 9656—75	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	Разд. 5
ГОСТ 25336—82	Разд. 2

- 5. Срок действия продлен до 01.01.93** Постановлением Госстандарта СССР от 30.06.87 № 3008

- 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ** (декабрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)