

УДК 669.715.543.06 : 006.354

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения кремния

Titanium alloys
Methods for the determination of silicon

ГОСТ

19863.6—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,04 до 0,5%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,1 до 0,5%) методы определения кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, образовании желтой формы кремнемолибденовой кислоты, восстановления ее солью Мора до синей формы кремнемолибденовой кислоты и измерении оптической плотности раствора при длине волны 625 нм.

Из разных аликвотных частей одного раствора пробы определяют массовую долю кремния и железа.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678.

Адсорбент (мацерированная бумага): 100 г измельченных фильтров («красная лента») помещают в стакан вместимостью

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

500 см³, приливают 300 см³ горячей воды и перемешивают мешалкой до получения однородной массы.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³ и раствор 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³ и растворы 1:1, 1:3 и 1:99.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 5 г/дм³, готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, раствор 100 г/дм³, свежеприготовленный; готовят в полиэтиленовой посуде.

Для перекристаллизации 250 г молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 1 дм³, приливают 400 см³ воды, нагревают до температуры (80±2)°С, растворяют при перемешивании палочкой, добавляют аммиак до появления запаха и фильтруют горячий раствор через плотный фильтр («синяя лента») в стакан, содержащий 300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до температуры (10±2)°С и дают отстояться в течение 1 ч. Вылавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, отсаживая маточный раствор через фильтр средней плотности («белая лента»).

Кристаллы промывают три раза этиловым спиртом порциями по 30 см³, после чего их равномерно распределяют на листе фильтровальной бумаги, прикрыв вторым листом бумаги, и высушивают на воздухе в течение 8—10 ч.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор 50 г/дм³: 50 г реактива помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 200 см³ раствора серной кислоты 1:99 и растворяют навеску при нагревании. Раствор фильтруют через двойной складчатый плотный фильтр («синяя лента») в коническую колбу вместимостью 1 дм³, приливают 440 см³ раствора серной кислоты 1:1, охлаждают до комнатной температуры, приливают воду до объема 1 дм³ и перемешивают.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Натрий кремнекислый мета 9-водный по ТУ 6-09-5337.

Стандартный раствор кремния: 1 г кремнекислого натрия помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора гидроксида натрия и фильтруют раствор через плотный складчатый фильтр («синяя лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г кремния.

Для установления массовой концентрации кремния аликвотную часть раствора 50 см³ помещают в фарфоровую чашку вместимостью 200 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, перемешивают, выпаривают досуха, приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты, 100 см³ горячей воды, перемешивают и оставляют в теплом месте плиты при температуре 50–60°С на 40 мин для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента») с адсорбентом и промывают восемь раз горячим раствором соляной кислоты 1:99.

Фильтр с осадком подсушивают, озоляют в платиновом тигле и прокаливают в муфельной печи при температуре 1000–1100°С в течение 30 мин. Тигель охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Затем к осадку в тигле добавляют из полиэтиленовой пипетки десять капель фтористоводородной кислоты, одну каплю серной кислоты и нагревают до прекращения выделения белых паров серной кислоты. Тигель с остатком вновь прокаливают в муфельной печи при температуре 1000–1100°С в течение 10 мин, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Массовую концентрацию кремния (T), г/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m - m_1) \cdot 0,4675}{V}, \quad (1)$$

где m — масса осадка до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_1 — масса осадка после обработки фтористоводородной кислотой, г;

0,4675 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний;

V — объем стандартного раствора, взятый для определения кремния, см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора серной кислоты 1:3, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и нагревают до растворения навески, поддерживая первоначальный объем водой. Одновременно растворяют соответствующую навеску губчатого титана.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески пробы, г
От 0,04 до 0,35 включ.	0,2
Св. 0,35 > 0,5 >	0,1

В раствор приливают по каплям раствор гидрохлорида гидроксилamina до исчезновения фиолетовой окраски, пять капель в избыток и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Аликвотную часть раствора 10 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ воды, 10 см³ раствора молибденовокислого аммония. Раствор выдерживают в течение 30 мин, приливают 30 см³ раствора серной кислоты 1:3 и перемешивают до полного растворения белого осадка.

К прозрачному раствору приливают 10 см³ раствора соли Мо-ра, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин при длине волны 625 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 50 мм при массовой доле кремния менее 0,1% и 30 мм при массовой доле кремния более 0,1%. Раствором сравнения служит аликвотная часть контрольного опыта, приготовленного по пп. 2.3.1, 2.3.2, со всеми используемыми в анализе реактивами.

Массовую долю кремния рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.4. Построение градуировочного графика

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 см³ стандартного раствора кремния, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007; 0,00008; 0,00009 г кремния, во все колбы приливают по 10 см³ раствора титана, полученного по п. 2.3.1, и далее продолжают по пп. 2.3.2, 2.3.3.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен кремний.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам кремния строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

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

m_1 — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.