

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭИФ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР****СИЛУМИН В ЧУШКАХ**

Методы определения кремния

ГОСТAluminium-silicon alloy ingots.
Methods for determination of silicon**1762.1-71**

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.73
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и дифференциальный фотометрический методы определения кремния (при массовой доле кремния от 1 до 15%) в силумине в чушках.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 1762.0—71.

ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на выделении кремниевой кислоты после разложения силумина и определении кремния по разности в массе до и после обработки осадка фтористоводородной кислотой.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:10.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и с объемной долей 2%.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный раствор с массовой долей 2%: 2 г желатина помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ со 100 см³ нагретой до 70°C

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

431-95
32

воды и растворяют желатин при нагревании, не доводя до кипения.

Бром по ГОСТ 4109—79, насыщенный на холоду водный раствор (бромная вода).

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76 (обезвоженный при 400°C).

Смесь для сплавления: смешивают натрий углекислый и натрий тетраборнокислый в соотношении 3:1 (по массе).

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагревания 1000°C.

Чашки платиновые, серебряные, никелевые.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Щелочное разложение пробы

Навеску сизумина массой 0,5 г помещают в платиновую, серебряную или никелевую чашку вместимостью не менее 100 см³, закрывают чашку крышкой и, слегка сдвинув крышку, приливают 20 см³ раствора гидроксида натрия. По окончании бурной реакции чашку ставят на песчаную баню и нагревают до полного прекращения растворения сплава, затем охлаждают, обмывают крышку и стенки чашки небольшим количеством воды и далее щелочный раствор разбавляют 20—25 см³ воды.

После этого холодный раствор осторожно при постоянном перемешивании переливают в стакан вместимостью 400 см³, в который предварительно налито 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и 5 см³ азотной кислоты.

Чашку ополаскивают 2—3 раза горячей водой и небольшим количеством серной кислоты, разбавленной 1:10.

Раствор выпаривают до начала выделения густых белых паров серного ангидрида. После небольшого охлаждения до 70°C к остатку от выпаривания прибавляют 5 см³ раствора желатина, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и оставляют раствор на 5 мин на песчаной бане. Затем добавляют 100 см³ горячей воды, перемешивают и нагревают (не доводя до кипения) до полного растворения серноокислых солей. Горячий раствор быстро фильтруют через фильтр «белая лента», обмывают стакан и промывают осадок на фильтре 3—4 раза раствором горячей соляной кислоты с объемной долей 2% и 8—10 раз горячей водой до полного удаления солей.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, осторожно озоляют при температуре 400°C и прокалывают при 1000°C в течение 40 мин, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. К прокаленному осадку прибавляют 3—5 капель серной кислоты,

разбавленной 1:1, 5 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают содержимое тигля на песчаной бане досуха.

После этого остаток прокачивают при 1000°C в течение 10 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.2. Кислотное разложение пробы

Навеску силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ воды, насыщенной бромом, и 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После окончания бурной реакции стакан ставят на песчаную баню и выдерживают там до полного прекращения реакции. Если необходимо, прибавляют еще небольшими порциями бромную воду (раствор должен быть окрашен в желтый цвет).

Обмывают стенки стакана горячей водой и отфильтровывают нерастворившийся остаток через беззольный фильтр «синяя лента», предварительно добавив на фильтр небольшое количество бумажной массы.

Осадок промывают горячей водой 6—8 раз. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 250 см³, выпаривают до небольшого объема и сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, осторожно озольют, прокачивают 2—3 мин при 900°C и охлаждают. Осадок в тигле тщательно смешивают с 3 г смеси соды и буры, оставив небольшое количество смеси для покрытия содержимого тигля, и сплавляют при температуре 950°C 15 мин, предварительно выдержав тигли с содержимым при температуре 700°C.

После охлаждения тигель с плавом обмывают снаружи горячей водой, помещают в стакан вместимостью 150 см³ и выщелачивают в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1.

После полного растворения плава тигель обмывают горячей водой, а раствор присоединяют к основному раствору, полученному после разложения навески в соляной кислоте, и выпаривают на негорячей песчаной бане до влажных солей.

Стакан снимают с бани, добавляют в него 20 см³ концентрированной соляной кислоты и тщательно перемешивают. Затем прибавляют 5 см³ раствора желатина, снова перемешивают и дают стоять 5 мин.

Прибавляют горячей воды до объема приблизительно 60 см³, перемешивают до растворения солей (не нагревая) и через 3—4 мин выделившуюся кремниевую кислоту отфильтровывают через беззольный фильтр «белая лента». Обмывают стакан и промывают осадок на фильтре 2—3 раза раствором горячей соляной кислоты с массовой долей 2% и 6—8 раз горячей водой до полного удаления солей. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель и далее поступают, как указано в п. 3.1.

Разд. 3 (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4674 \cdot 100}{m}$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки осадка фтористо-водородной и серной кислотами, г;

m — масса навески силумина, г;

0,4674 — коэффициент пересчета кремниевой кислоты на кремний.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений сходимости 0,3%, воспроизводимости 0,5%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода состоит в измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения кремнемолибденовой гетерополикислоты в результате реакции кремниевой кислоты с молибденово-кислым аммонием с последующим восстановлением комплекса аскорбиновой кислотой.

5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК 56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типа СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Нейтральные стекла ИС-8 толщиной 2, 3 и 4 мм.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:10.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы концентрации c ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) = 0,14 моль/дм³ (0,14 н.) и c ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) = 8 моль/дм³ (8 н.). Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с массовой долей 5%.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1%.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.