УДК 669.715'782 : 546.28.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СИЛУМИН В ЧУШКАХ

Методы определения кремния

ГОСТ 1762.1-71

Aluminium-silicon alloy ingots.
Methods for determination of silicon

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°С

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

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°С).

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

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

Чашки платиновые, серебряные, никелевые.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. *Щелочное разложение пробы*

Навеску силумина 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 гидроокиси 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°С 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 сернокислых 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°С и прокаливают при 1000°С 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 прокаливают при 1000°С 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 50 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 озоляют, прокаливают 2—3 мин при 900°С 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°С 15 мин, предварительно выдержав тигли с содержимым при температуре 700°С.

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 НС-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 ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,14 моль/дм^3 (0,14 н.) и c ($^1/_2H_2SO_4$) = 8 моль/дм^3 (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.

Стандартные растворы двуокиси кремния

Раствор А: 0,2140 г тонко растертой в агатовой или из оргстекла ступке и предварительно прокаленной в течение 1 ч при 1000°С двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 5 г безводного углекислого натрия при 900°С в течение 10—15 мин до получения прозрачного плава. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой, серебряной или никелевой чашке. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки; хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг кремния.

Раствор Б: 50 см³ раствора А разбавляют до метки водой в колбе вместимостью 250 см³ и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,02 мг кремния.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. К навеске силумина массой 0,25 г в никелевой, серебряной или платиновой чашке добавляют 27 см³ гидроокиси натрия, накрывают крышкой и растворяют на холоду. Одновременно проводят контрольный опыт. После окончания бурной реакции раствор в чашке нагревают на песчаной бане в течение 15 мин. После охлаждения раствора крышку и стенки чашки обмывают небольшим количеством воды и приливают еще 20—25 см³ воды.

Раствор постепенно при постоянном перемешивании переливают в стакан вместимостью 400 см³, в который предварительно наливают 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см³ азотной кислоты. Чашку ополаскивают 2—3 раза горячей водой, а затем 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:10. Раствор нагревают на песчаной бане 5—7 мин до образования абсолютно прозрачного раствора.

В случае необходимости для растворения меди можно добавить несколько капель перекиси водорода.

Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора 5 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют раствор до 50 см³ раствором серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,14 моль/дм³ (0,14 н.), приливают 5 см³ молибденовокислого аммония и оставляют стоять 10 мин. Затем добавляют 25 см³ раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 8 моль/дм³ (8 н.), обмывают ею стенки колбы, и через 2—8 мин 10 см³ аскорбиновой кислоты. Доводят раствор водой до метки и перемешивают.

6.2. Одновременно готовят раствор сравнения. Для этого 5 см³ раствора контрольного опыта помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют из микробюретки 9,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,18 мг кремния, разбавляют раствор до 50 см³ раствором серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,14 моль/дм³ (0,14 н.), приливают 5 см³ молибденовокислого аммония и далее поступают, как указано в п. 6.1.

6.3. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют через 30 мин относительно раствора сравнения на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 815 нм. При этом следует пользоваться постоянными кюветами (размером 1,0 см), из которых одна предназначена для испытуемого раствора, а другая — для раствора сравнения. Кюветы должны быть помечены.

При измерении на спектрофотометре вместо раствора сравнения можно использовать нейтральное стекло НС-8 толщиной 2, 3 или 4 мм. Для этого в одну из кювет наливают раствор контрольного опыта, а в другую раствор исследуемой пробы, и перед держателем с этими кюветами ставят держатель с нейтральным стеклом НС-8, которое располагается перед кюветой с раствором контрольного опыта.

Оптическая плотность растворов, измеренная по отношению к стеклу, должна быть в пределах от минус 0,40 до плюс 0,70.

В области массовых долей кремния 1—10% пользуются стеклом НС-8 2,3 мм, в области массовых долей 5—15% — стеклом НС-8 4,0 мм.

Если оптическая плотность испытуемого раствора больше оптической плотности раствора сравнения, то нуль оптической плотности устанавливают по раствору сравнения. Затем измеряют оптическую плотность испытуемого раствора, записывая ее со знаком плюс.

Если оптическая плотность испытуемого раствора меньше оптической плотности раствора сравнения, то применяют обратный порядок измерения: на нуль оптической плотности устанавливают прибор по испытуемому раствору и измеряют оптическую плотность раствора сравнения, записывая ее со знаком минус.

По величине оптической плотности растворов определяют массу кремния по градуировочному графику.

6.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают из микробюретки 0; 1,0; 3,0; 6,0; 9,0; 12,0; 15,0; 18,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,06; 0,12; 0,18; 0,24; 0,30 и 0,36 мг кремния, разбавляют до 50 см³ раствором серной кисло-

ты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,14 моль/дм³ (0,14 н.), приливают 5 см³ молибденовокислого аммония и далее поступают так, как указано в ходе анализа.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 9,0 см³ стандартного раствора Б, или нейтральные стекла НС-8 толщиной 2, 3 или 4 мм. При использовании нейтральных стекол за стеклом НС-8 ставится кювета с раствором, не содержащим кремния.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным массам кремния строят градуировочный график.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю кремния (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса кремния, найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески силумина, г.

7.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в п. 4.2.

Разд. 5—7. **(Введены дополнительно. Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ СТАНДАРТА

А. А. Костюков, Г. А. Романов, Н. М. Герцева, А. П. Нечитайлов, В. А. Лавров

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.10.77 № 141**

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 1762—51 (в части разд. II)**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	Разд. 2, 5
ГОСТ 1762.0—71	1.1
ГОСТ 3118—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 3765—78	Разд. 5
ГОСТ 4109—79	Разд. 2
ГОСТ 4199—76	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 4328—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 4461—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 9428—73	Разд. 5
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 10929—76	Разд. 5
ГОСТ 11293—78	Разд. 2

6. **Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 27.03.89 № 742**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1989 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г., марте 1989 г. (ИУС 12—84, 6—89)**

gost.e-ecolog.ru