

## СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

## Методы определения кремния

Vanadium base alloys and alloying elements.  
Methods for determination of siliconГОСТ  
26473.4-85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен

с 01.07.86

до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и гравиметрический методы определения кремния (от 0,1 до 1%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Метод определения кремния	Массовая доля, %	Сопутствующие компоненты	
		Наименование	Массовая доля, %, не более
Фотометрический	0,1—1	Алюминий	50
		Бор	10
		Вольфрам	8
		Железо	5
		Марганец	3,5
		Молибден	25
		Ниобий	25
		Титан	25
		Хром	40
		Цирконий	3
Гравиметрический	0,1—1	Алюминий	50
		Железо	5
		Марганец	2,5
		Молибден	25
		Титан	15
		Хром	10

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Метод основан на отгонке кремния в виде фторида, образовании синей восстановленной формы кремнемолибденовой гетерополикислоты с последующим фотометрированием окраски раствора.

## 2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

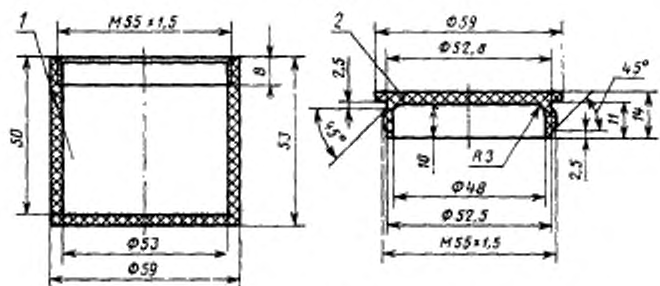
Весы технические.

Электродуховка муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 900—950°C.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру 100—120°C.

Чашки платиновые.

Чашки фторопластовые с навинчивающимися крышками (фторопласт-4 по ГОСТ 10007—80) (чертеж).



1 — чашка фторопластовая; 2 — навинчивающаяся крышка

Пипетки фторопластовые или полиэтиленовые вместимостью 1 см<sup>3</sup>.

Банки полиэтиленовые вместимостью 100 см<sup>3</sup> и 1 дм<sup>3</sup>.

Микробюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

Кислота хлорная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1, и раствор концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрацией 6 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор.

Кислота аскорбиновая, пищевая, раствор концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор концентрации 50 г/дм<sup>3</sup> (готовят в день употребления).

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, спиртовой раствор концентрации 40 г/дм<sup>3</sup> и водный раствор концентрации 200 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Стандартный раствор кремния, содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> (100 мкг/см<sup>3</sup>) кремния: 0,2139 г двуокиси кремния помещают в платиновую чашку, прибавляют 3—4 г углекислого калия-натрия, сплавляют в муфельной печи при 900—950°C до получения прозрачного плава. Плав охлаждают до комнатной температуры, выщелачивают водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

## 2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. В крышку фторопластовой чашки помещают 1 см<sup>3</sup> спиртового раствора гидроксида натрия, распределяя его ровным слоем. Крышку помещают в холодный сушильный шкаф, нагревают шкаф до 50—60°C и выдерживают крышку при этой температуре 5—10 мин.

2.2.2. Для ванадиевых лигатур или сплавов ванадий—молибден—титан—углерод, ванадий—алюминий—марганец—титан—углерод, ванадий—алюминий—молибден—титан—углерод, ванадий—цирконий—ниобий—углерод: навеску анализируемой пробы массой 0,1 г (при массовой доле кремния 0,025—0,4%) или 0,04 г (при массовой доле кремния 0,4—1%) помещают во фторопластовую чашку, приливают 3 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, охлаждая чашку холодной водой до прекращения выделения окислов азота, приливают 11 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, перемешивают и сразу же закрывают чашку крышкой с гидроксидом натрия.

2.2.3. Для ванадиевых лигатур или сплавов ванадий—цирконий—углерод, ванадий—цирконий—алюминий, ванадий—молибден—хром—алюминий, ванадий—алюминий—молибден—хром—железо навеску анализируемой пробы массой 0,05—0,1 г (в зависимости от содержания кремния) помещают во фторопластовую чашку, приливают 12 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, 2 см<sup>3</sup> воды и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, перемешивают, сразу же закрывают чашку крышкой с гидроксидом натрия.

2.2.4. Для ванадиевых лигатур ванадий—алюминий, ванадий—алюминий—углерод, ванадий—алюминий—азот, ванадий—алюминий—титан—углерод, ванадий—марганец, ванадий—алюминий—бор навеску анализируемой пробы массой 0,05—0,1 г (в зависимости от содержания кремния) помещают во фторопластовую чашку, приливают 3 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, 12 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, охлаждая чашку холодной водой до прекращения выделения окислов азота, перемешивают и закрывают чашку крышкой с гидроокисью натрия.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Чашку, закрытую крышкой, выдерживают в сушильном шкафу при 110—120°C в течение 2 ч, затем вынимают из сушильного шкафа, осторожно снимают крышку, чтобы не соприкасались раствор кислоты с гидроокисью натрия, и переносят содержимое крышки в полиэтиленовую баночку с помощью 25 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты. После этого в баночку добавляют 1 см<sup>3</sup> водного раствора гидроокиси натрия, 4 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>, 20 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора молибдата аммония. Через 15 мин приливают 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты. Через 25—30 мин полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~630 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

Перед анализом серни проб через все стадии анализа проводят контрольный опыт (для контроля загрязнения реактивов). Значение оптической плотности раствора контрольного опыта не должно превышать 0,03, в противном случае следует поменять реактивы. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности анализируемого раствора. Массу кремния находят по градуировочному графику по вычисленному значению оптической плотности.

#### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В полиэтиленовые баночки вместимостью 100 см<sup>3</sup> вводят из микробюретки 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора кремния, что соответствует 25, 50, 75, 100, 150, 200, 300, 400 и 500 мкг кремния. Приливают 25 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты и далее поступают так, как указано в п. 2.3.1.

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

### 2.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1}{m \cdot 10^4},$$

где  $m_1$  — масса кремния, найденная по градуировочному графику, мкг;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

2.4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Допускаемое расхождение, %
0,1—0,3	0,04
0,5	0,06
1	0,1

### 3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты выпариванием исходного раствора до появления паров серной кислоты, переведении кремниевой кислоты прокаливанием при 1000—1100°C в двуокись кремния, отгонке кремния в виде тетрафторида кремния обработкой двуокиси кремния фтористоводородной и серной кислотами и нахождении массы кремния по изменению веса выделенного осадка.

#### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1100°C.

Плитка электрическая.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 400 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные конические диаметром 30 мм.

Тигли платиновые вместимостью 30 см<sup>3</sup>.

Пипетка полиэтиленовая, отградуированная на 2 см<sup>3</sup>.

Эксикатор с хлористым кальцием.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» или «белая лента».

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кальций хлористый (плавленный) по ГОСТ 4460—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

### 3.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,5—1 г (в зависимости от содержания кремния) помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения пробы, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, продолжая нагревание до выделения паров серной кислоты в течение 1—2 мин. К охлажденному раствору по стенкам колбы приливают 100—150 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей.

Раствор с осадком кремниевой кислоты фильтруют через фильтр «белая лента» или «синяя лента», промывают осадок несколько раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, охлаждают, доводят водой до метки (основной раствор), и используют (при необходимости) для определения хрома по ГОСТ 26473.10—85, железа по ГОСТ 26473.3—85, циркония и алюминия по ГОСТ 26473.11—85, молибдена по ГОСТ 26473.6—85, титана по ГОСТ 26473.8—85.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, осторожно высушивают, озоляют, избегая воспламенения, прокаливают в муфельной печи в течение 40 мин при 1000°C, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до достижения постоянной массы.

Взвешенный осадок смачивают 2—3 каплями воды, приливают 5—6 капель концентрированной серной кислоты, 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Тигель помещают на электроплитку с закрытой спиралью и осторожно выпаривают при умеренном нагревании до прекращения выделения паров серной кислоты. Сухой остаток прокаливают в течение 20 мин при 1000°C в муфельной печи, охлаждают в эксикаторе, взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до получения постоянной массы.

Массу кремния вычисляют по разности между первым и вторым взвешиванием, до обработки нерастворимого остатка кислотами (фтористоводородной и серной) и после нее.

Одновременно с анализом серии проб через все стадии анализа проводят контрольный опыт (для контроля загрязнения реактивов).

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю кремния ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4674 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки кислотами, г;

$m_2$  — масса тигля с остатком после обработки кислотами, г;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

Окончательный результат находят как разность массовой доли кремния в пробе и массовой доли кремния в контрольном опыте.

3.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля кремния, %	Допускаемое расхождение, %
0,1—0,3	0,04
0,5	0,06
1	0,1

**Изменение № 1 ГОСТ 26473.4—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Методы определения кремния**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 676**

**Дата введения 01.01.92**

Пункт 2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Значения допускаемых расхождений приведены в табл. 2 (см. с. 36)

Пункт 3.1. Исключить слова: «Кальций хлористый (плавленный) по ГОСТ 4460—77».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.2. Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 3.

*(Продолжение см. с. 36)*



Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Допускаемое расхождение, %
$(10-30) \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-2}$
$50 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
1,0	0,1

Таблица 3

Массовая доля кремния, %	Допускаемое расхождение, %
$(10-30) \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-2}$
$50 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
1,0	0,1

(ИУС № 8 1991 г.)