

**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 КРЕМИНИЯ****2.1. Сущность метода**

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

Из разных аликовитых 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 (макерированная 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 ССР

500 см<sup>3</sup>, приливают 300 см<sup>3</sup> горячей воды и перемешивают мешалкой до получения однородной массы.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 99.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и растворы 1 : 1, 1 : 3 и 1 : 99.

Гидроксиамина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>, готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный из спиртового раствора, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный; готовят в полиэтиленовой посуде.

Для перекристаллизации 250 г молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, приливают 400 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> этилового спирта. Раствор охлаждают до температуры (10±2)°С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхиера, отсасывая маточный раствор через фильтр средней плотности («белая лента»).

Кристаллы промывают три раза этиловым спиртом порциями по 30 см<sup>3</sup>, 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 Морса) по ГОСТ 4208, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>: 50 г реактива помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 200 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 99 и растворяют навеску при нагревании. Раствор фильтруют через двойной складчатый плотный фильтр («синяя лента») в коническую колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, приливают 440 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1, охлаждают до комнатной температуры, приливают воду до объема 1 дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и фильтруют раствор через плотный складчатый фильтр («синяя лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

## ГОСТ 19863.6—91 С. 3

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г кремния.

Для установления массовой концентрации кремния аликовотную часть раствора 50 см<sup>3</sup> помещают в фарфоровую чашку вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, перемешивают, выпаривают досуха, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 100 см<sup>3</sup> горячей воды, перемешивают и оставляют в теплом месте плиты при температуре 50—60°C 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°C в течение 30 мин. Тигель охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Затем к осадку в тигле добавляют из полистиленовой 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°C в течение 10 мин, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Массовую концентрацию кремния ( $T$ ), г/см<sup>3</sup>, 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, см<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы в соответствии с табл. I помещают в колическую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> 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 I

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

#### C. 4 ГОСТ 19863.6—91

В раствор приливают по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски, пять капель в избыток и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

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

К прозрачному раствору приливают 10 см<sup>3</sup> раствора соли Мора, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин при длине волнны 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 см<sup>3</sup> отмеряют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,040 до 0,100 включ.	0,015	0,020
Св. 0,10 > 0,25 >	0,02	0,03
> 0,25 > 0,50 >	0,03	0,04

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции кремния при длине волны 251,6 нм в пламени ацетилен — закись азота.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для кремния.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и растворы 2 : 1, 1 : 1 и 1 : 99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Литан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

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

Стандартные растворы кремния

Раствор А: 10,112 г кремнекислого натрия растворяют во фтористоводородном стакане в 100 см<sup>3</sup> воды при умеренном нагревании, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит примерно 0,005 г кремния.

Массовую концентрацию кремния ( $T$ ), г/см<sup>3</sup> в стандартном растворе А устанавливают гравиметрическим методом.

Аликвотную часть раствора А, равную 5 см<sup>3</sup>, помещают в фарфоровую чашку, добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, перемешивают, выпаривают досуха, к остатку добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вторично выпаривают досуха. К сухому остатку приливают

10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 100 см<sup>3</sup> горячей воды, перемешивают и оставляют стоять в теплом месте плиты на 40 мин для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента») с адсорбентом и промывают его восемь раз горячим раствором соляной кислоты 1 : 99. Дальнейшие операции проводят по п. 2.2.

Раствор Б: 5 см<sup>3</sup> раствора А отмеряют в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит примерно 0,00025 г кремния.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают во фторопластовый стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см<sup>3</sup> борофористоводородной кислоты. Закрывают стакан крышкой и ведут растворение при комнатной температуре (растворение происходит в течение 3—8 ч, в зависимости от состава сплава). После растворения пробы добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 10 см<sup>3</sup> борофористоводородной кислоты и оставляют стоять на 20 мин. Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают и переносят в тот стакан, в котором проводили растворение.

3.3.2. Растворы контрольного опыта готовят по п. 3.3.1.

#### 3.3.3. Построение градуировочного графика

В семь фторопластовых стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 0,5 г губчатого титана, в пять из них отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г кремния, и проводят растворение согласно п. 3.3.1.

3.3.4. Раствор пробы, растворы контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилена — закись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию кремния при длине волн 251,6 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям кремния строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация кремния, г/см<sup>3</sup>».

Массовую концентрацию кремния в растворах пробы и растворах контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

### 3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_0) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация кремния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

## С. 7 ГОСТ 19863.6—91

$C_2$  — массовая концентрация кремния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;  
 $V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески в растворе пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,25 включ.	0,02	0,03
Св. 0,25 * 0,50 *	0,04	0,05

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

#### РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; В. А. Мошкин, канд. техн. наук;  
Г. И. Фридман, канд. техн. наук; Л. А. Тенякова; М. Н. Горлова, канд. хим. наук; Л. В. Антоненко; О. Л. Скорская, канд. хим. наук

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 625

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 19863.6—80**

**4. Периодичность проверки — 5 лет**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 3765—78	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4208—72	2.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ 17746—79	2.2; 3.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-1678—86	2.2
ТУ 6-09-5337—87	2.2; 3.2