

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ**Методы определения кремния**

Bronze fire-resistance. Methods for the determination of silicon

ГОСТ**23859.2—79**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок действия установлен

с 01.01 1981 г.
до 01.01 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния при его массовой доле от 0,2 до 0,8% и фотометрический метод при массовой доле кремния от 0,005 до 0,06%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23859.0—79.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливании осадка до двуокиси кремния и последующем удалении кремния в виде тетрафторида. Содержание кремния рассчитывают по разности массы осадка до и после обработки фтористоводородной кислотой.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:20, 1:100.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78.

Смесь кислот для растворения: смешивают одну часть концент-



рированной азотной кислоты с двумя частями концентрированной соляной кислоты.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207—75, раствор 30 г/л.

Калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332—76.

2.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 2 г при массовой доле кремния от 0,2 до 0,5% и 1 г при массовой доле от 0,4 до 0,8% помещают в стакан вместимостью 300 мл, приливают 30 мл смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения ополаскивают стекло и стенки стакана водой, добавляют 20 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты.

После охлаждения ополаскивают стенки стакана водой и повторяют упаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 3—5 мл концентрированной соляной кислоты, 150—200 мл воды и нагревают до полного растворения солей. Отфильтровывают выделившийся осадок на фильтр средней плотности и промывают горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, до отрицательной реакции промывных вод на медь (проба с раствором железистосинеродистого калия). После этого осадок промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтрат упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты.

После охлаждения стенки стакана ополаскивают и повторяют упаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. После охлаждения добавляют 150—200 мл воды, нагревают до полного растворения солей и фильтруют. Осадок на фильтре промывают, как указано выше. Оба осадка вместе с фильтрами помещают в платиновый тигель, высушивают, постепенно обугливают во избежание образования карбида кремния, озоляют и прокаливают при 1000—1100°С до постоянной массы. К прокаленному осадку прибавляют 1—2 капли воды, 1 мл фтористоводородной кислоты, 2—3 капли концентрированной серной кислоты, осторожно выпаривают досуха и остаток прокаливают при 1000—1100°С в течение 15—25 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель снова взвешивают.

Если после удаления двуокиси кремния в тигле остается черный осадок, его сплавляют с безводным углекислым калием-натрием при 1000—1100°С. Тигель помещают в стакан вместимостью 300 мл, добавляют 25—30 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 4, и растворяют плав при нагревании. Тигель вынимают, ополаскивают его водой, а раствор упаривают до выделения густого белого дыма серной кислоты. После охлаждения приливают 150—200 мл горячей воды и нагревают до полного растворения солей. Отфильтровывают выделившийся осадок на фильтр средней плотности и далее поступают, как указано выше.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт и в найденное содержание кремния вводят соответствующую поправку.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 0,4672 \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_1 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса сплава, г;

0,4672 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа (Y) в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,01 - 0,05X,$$

где X — массовая доля кремния в сплаве, %.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании кремнием желтой молибдокремниевой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектрокалориметр.

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

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

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 100 г/л.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58, разбавленная 1 : 9.

Кислота борная по ГОСТ 9655—75, насыщенный раствор: около 60 г борной кислоты растворяют в 1 л горячей воды и охлаждают до комнатной температуры.

Смесь фтористоводородной кислоты и насыщенного раствора борной кислоты в соотношении 1 : 9. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, раствор 100 г/л.

Кристаллический фиолетовый, водный раствор 1 г/л.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—74, перекристаллизованный, раствор 100 г/л.

Натрий-калий углекислый по ГОСТ 4382—76.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А. 0,2143 г прокаленной двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2 г натрия-калия углекислого. Плав выщелачивают водой и переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор немедленно переносят в полиэтиленовый сосуд. 1 мл раствора содержит 0,0002 г кремния.

Раствор Б. 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор немедленно переносят в полиэтиленовый сосуд. 1 мл раствора содержит 0,00002 г кремния.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для сплавов, не содержащих хрома (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,06%)*

Навеску сплава массой 1 г при массовой доле кремния от 0,01% до 0,04% или 0,5 г при массовой доле кремния от 0,03 до 0,06% помещают в платиновый или фторопластовый тигель, прибавляют 1 мл фтористоводородной кислоты, 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1:2, и закрывают платиновой или фторопластовой крышкой. Растворение проводят при нагревании на водяной бане при 60°C. По окончании растворения в тигель прибавляют 10 мл раствора борной кислоты и смесь переносят через полиэтиленовую воронку в мерную колбу вместимостью 50 мл, содержащую 20 мл раствора борной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора объемом 20 мл помещают в стакан вместимостью 50 мл и нейтрализуют аммиаком до рН 1,5. Устанавливают рН на рН-метре или капельной пробой с раствором кристаллического фиолетового на белой фарфоровой или фторопластовой пластинке. При рН менее 1,5 капля испытуемого раствора, смешанная с каплей раствора индикатора, окрашивается в зеленый цвет; при рН равном 1,5 окраска смешанной капли становится чисто синего цвета. Если аммиак введен в избытке, то смешанная капля имеет фиолетовый цвет. В таком случае прибавляют азотную кислоту, разбавленную 1:2, до получения окраски смешанной капли зеленого цвета, а затем осторожно повторяют нейтрализацию аммиаком.

В раствор с рН 1,5 прибавляют 5 мл раствора мочевины, 2,5 мл раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. После этого вводят 5 мл раствора лимонной кислоты, 3 мл раствора

ортофосфорной кислоты, смесь переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, до метки доливают водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с фиолетовым или сине-фиолетовым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см или на спектрофотометре при 400 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. В качестве раствора сравнения используют раствор той же пробы без добавления молибденокислого аммония.

Из полученной оптической плотности вычитают оптическую плотность раствора контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа и измеренного относительно воды.

3.3.2. Для сплавов, содержащих хром (при массовой доле кремния от 0,005 до 0,06%)

Навеску сплава массой 0,5 г при массовой доле кремния от 0,005 до 0,03% и 2 г при массовой доле кремния от 0,02 до 0,06% растворяют в 10 мл смеси соляной и азотной кислот при нагревании во фторопластовом стакане, накрытом фторопластовой пластиной. После растворения сплава ополаскивают стекло водой, добавляют 5 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и упаривают при умеренном нагревании до начала выделения белого дыма серной кислоты. После охлаждения ополаскивают стенки стакана водой и повторяют упаривание до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 10 мл смеси фтористоводородной кислоты и насыщенного раствора борной кислоты и растворяют его при нагревании при 50—60° С на водяной бане. После растворения солей добавляют 10 мл раствора борной кислоты и нейтрализуют аммиаком до рН 1,5, и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. Построение градуировочного графика

В восемь стаканов вместимостью до 50 мл прибавляют последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 8,0 мл стандартного раствора Б кремния. Растворы разбавляют водой до 20 мл, нейтрализуют аммиаком до рН 1,5 и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий кремния.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса кремния, найденная по градуировочному графику, г;
 m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения (Y) результатов определения в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y=0,002+0,08X,$$

где X — массовая доля кремния в сплаве, %.

Изменение № 1 ГОСТ 23859.2—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения кремния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.85 № 1801 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: л на дм^3 , мл на см^3 .

Вводную часть дополнить словами: «в жаропрочных медных сплавах по ГОСТ 24758—81».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений».

Пункт 2.4.2. Формулу изложить в новой редакции:

$$Y = 0,01 + 0,05X.$$

Пункт 3.2. Заменить ссылки и слова: ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78, ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, «Натрий-калий углекислый по ГОСТ 4382—76» на «Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76».

Пункт 3.3.1. Четвертый абзац. Заменить слово: «молибденокислый» на «молибденовокислый».

Пункт 3.3.2. Второй абзац. Заменить слова: «массой 0,5 г при массовой доле кремния от 0,005 до 0,03 % и 2 г при массовой доле кремния от 0,02 до 0,06 %» на «массой 2 г при массовой доле кремния от 0,005 до 0,03 % и 0,5 г при массовой доле кремния от 0,03 до 0,06 %».

(ИУС № 9 1985 г.)

Дата введения 01.10.90

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический, фотометрический методы определения кремния (при массовой доле кремния от 0,1 до 0,9 %) и экстракционно-фотометрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,005 до 0,1 %) в жаропрочных медных сплавах».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Пункт 2.2. Третий абзац. Исключить значение: 1:20.

Пункт 2.3. Первый абзац. Заменить значения 0,2 на 0,1; 0,8 на 0,9.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,01+0,05X,$$

где X — массовая доля кремния, %».

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.4.3, 2.4.4: «2.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$D=0,014+0,07X,$$

где X — массовая доля кремния, %».

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводится по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.5: «2.5. Метод применяется при разногласиях в оценке качества жаропрочных бронз».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. Фотометрический метод определения кремния

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании кремнием желтой молибдодокремневой кислоты и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:2 и 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:3 и 1:99.

Смесь кислот соляной и азотной в соотношении 2:3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота борная по ГОСТ 18704—78, насыщенный раствор: около 60 г борной кислоты растворяют в 1 дм³ горячей воды и охлаждают до комнатной температуры.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный, раствор 50 г/дм³. Проводят перекристаллизацию молибденовокислого аммония: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 70—80 °С, добавляют раствор аммиака до явного запаха и горячий раствор фильтруют два раза через один и тот же плотный фильтр в стакан, содержащий

300 см³ этилового спирта. Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера под вакуумом, создаваемым водоструйным насосом. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см³ и высушивают на воздухе.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Стандартный раствор кремния: 0,2143 г прокаленной двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2 г натрия-калия углекислого. Плав выщелачивают водой, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор немедленно переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см³ раствора содержит 0,0002 г кремния.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску бронзы массой 1 г (при массовой доле кремния от 0,1 до 0,5 %) и 0,5 г (при массовой доле кремния свыше 0,5 %) помещают в полиэтиленовый или тефлоновый, или фторопластовый стакан вместимостью 100 см³, добавляют 30 капель фтористоводородной кислоты, 10—15 см³ смеси кислот, накрывают полиэтиленовой или фторопластовой крышкой и растворяют на холоде (можно оставить на ночь), а затем на водяной бане при нагревании до 60 °С и выдерживают при этой температуре 20—30 мин, затем открывают крышку и держат еще 15 мин. После растворения раствор охлаждают, добавляют 30 см³ борной кислоты, через 20 мин смесь переносят через полиэтиленовую воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 30 см³ борной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор немедленно переносят в стакан, в котором проводили растворение. Аликвотную часть раствора 10 см³ помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 10 см³ серной кислоты (1:99), 5 см³ раствора аммония молибденовокислого и устанавливают рН=1,0—1,2 на рН-метре, применяя раствор аммиака или прокипяченную азотную кислоту (1:2). В раствор с рН=1,0—1,2 добавляют 10 см³ серной кислоты (1:3), переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, до метки доливают водой и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с фиолетовым светофильтром или на спектрофотометре при 400 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см. В качестве раствора сравнения используют раствор той же пробы без добавления молибденовокислого аммония.

Из полученного значения оптической плотности вычитают значения оптической плотности раствора контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа и измеренного относительно воды.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть полиэтиленовых или тефлоновых, или фторопластовых стаканов вместимостью по 50 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора кремния, растворы разбавляют водой до 10 см³, добавляют по 10 см³ серной кислоты (1:99) и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий кремния.

3.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса кремния в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса кремния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,01+0,05X,$$

где X — массовая доля кремния в сплаве, %.

3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$D=0,014+0,07X,$$

где X — массовая доля кремния в сплаве, %.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделом — 4:

4. Экстракционно-фотометрический метод определения кремния

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании кремнемолибденовой кислоты, экстракции ее бутиловым спиртом, восстановлении ее в экстракте до кремнемолибденовой сини и измерении интенсивности образовавшейся окраски.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:2 (прокипяченная).

Кислота серная по ГОСТ 4207—75, разбавленная 1:9.

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

Смесь кислот соляной и азотной концентрированных в соотношении 2:3.

Кислота фтористоводородная, ос. ч.

Кислота лимонная по ГОСТ 3852—75, раствор 500 г/дм³.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор, приготовленный как указано в п. 3.2.

Аммиак водный ос. ч. по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:1000.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный, раствор 100 г/дм³. Перекристаллизацию проводят см. п. 3.2.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Олово двуххлористое по ТУ 6—09—5384—88, раствор 100 г/дм³. готовят: 10 г двуххлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1:1) при нагревании до 80—90 °С.

Промывной раствор: к 50 см³ серной кислоты добавляют 1,5 см³ раствора молибденовокислого аммония.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 0,1 моль/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор 50 г/дм³.

Натрий кремнекислый мета по ТУ 6—09—5337—87.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006—78.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Стандартные растворы кремния

Приготовление из кремнекислого натрия: 0,5 г кремнекислого натрия растворяют в 20 см³ раствора углекислого натрия в платиновой чашке, охлаждают, помещают в полиэтиленовый сосуд, разбавляют водой до 500 см³ и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г кремния.

Точное содержание кремния устанавливают гравиметрическим методом.

Приготовление из двуокиси кремния

Раствор А: 0,2143 г прокаленной двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2 г натрия-калия углекислого. Плав выщелачивают водой, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой, перемешивают и немедленно переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см³ раствора содержит 0,0002 г кремния.

Точное содержание кремния устанавливают гравиметрическим методом.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³. до метки доливают раствором гидроокиси натрия и перемешивают. Раствор немедленно переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г кремния.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску бронзы (см. таблицу) помещают в полиэтиленовый или тефлоновый или фторопластовый стакан вместимостью 100 см³, добавляют 30 капель фтористоводородной кислоты, 15 см³ смеси кислот, накрывают полиэтиленовой или фторопластовой крышкой и растворяют на холоде (можно оставить на ночь), а затем на водяной бане при нагревании до 60 °С и выдерживают при этой температуре 20—30 мин, затем открывают крышку и держат еще 15 мин. После растворения раствор охлаждают, добавляют 30 см³ борной кислоты, через 20 мин смесь переносят через полиэтиленовую воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 30 см³ борной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор немедленно переносят в стакан, в котором проводили растворение.

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см ³	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,005 до 0,01 включ.	1	50	0,5
Св. 0,01 > 0,025 >	0,5	20	0,1
> 0,025 > 0,05 >	0,5	10	0,05
> 0,5 > 0,1 >	0,25	10	0,025

Предварительно устанавливают рН в растворах аликвотных частей на рН-метре: в полиэтиленовый стакан вместимостью 50 см³ помещают аликвотную часть раствора (см. табл.), добавляют воды до объема 50 см³ и с помощью раствора аммиака (ос. ч.) устанавливают рН=1,0—1,2, добавляя раствор аммиака по каплям, фиксируя число капель, израсходованных на операцию. Аликвотную часть раствора (см. таблицу) для анализа помещают в делительную воронку вместимостью 200 см³, доливают воды до 50 см³ и устанавливают рН=1,0—1,2, используя предварительные данные. В раствор по каплям при перемешивании добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и оставляют стоять 10 мин. Затем добавляют 5 см³ лимонной кислоты, 10 см³ прокипяченной азотной кислоты (1:2), 30 см³ бутилового спирта и экстрагируют кремнемолибденовую гетерополикислоту, осторожно переворачивая воронку 30 раз. После расслоения водный слой отбрасывают и к органическому слою добавляют 50 см³ промывной жидкости и промывают, переворачивая воронку 10—15 раз. Водный слой отбрасывают, а органический переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют бутиловый спирт, 7—8 капель раствора двухлористого олова, доливают до метки бутиловым спиртом и энергично встряхивают. В течение 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром ($\lambda_{эф} = 600—630$ нм) или на спектрофотометре при 635 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. В качестве раствора сравнения используют бутиловый спирт. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт и найденное в нем значение оптической плотности вычитают из значения оптической плотности пробы.

4.3.2. Построение градуировочного графика

В пять из шести полиэтиленовых, тефлоновых или фторопластовых стаканчиков помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора кремния

(0,0001 г/см³). Во все стаканчики добавляют 15 капель фтористоводородной кислоты, 7—8 см³ смеси кислот, помещают на водяную баню, нагревают до 60 °С и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

Аликвотная часть раствора, взятая на измерение, для каждой точки градуировочного графика составляет 10 см³.

В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий кремния.

Градуировочный график строится из расчета его массовой доли в аликвотной части раствора.

4.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса кремния в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса кремния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d = 0,002 + 0,08X,$$

где X — массовая доля кремния в сплаве, %.

4.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях, D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$D = 0,003 + 0,1X,$$

где X — массовая доля кремния в сплаве, %.

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87».