УДК 669.5'296'782—198:546.28.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

Метод определения кремния

Ferrosilicozirconium. Method for determination of silicon

ГОСТ 17001.6—86

Взамен ГОСТ 17001.6—71

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября 1986 г. № 3512 срок действия установлен

с 01.01.88
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический сернокислотный метод определения кремния в ферросиликоцирконии при массовой доле его от 20 до 55 %.

Метод основан на разложении ферросиликоциркония сплавлением с перекисью натрия и коагуляции кремниевой кислоты в присутствии желатина из сернокислого раствора. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают, прокаливают, взвешивают, обрабатывают смесью фтористоводородной и серной кислот, снова прокаливают и взвешивают.

Масса чистой двуокиси кремния соответствует разности между первым и вторым взвешиванием.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 4, 1 : 50.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрия перекись.

Желатин по ГОСТ 23058—78, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 см³, прибавляют 30 -40 см³ воды и оставляют на 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая. Затем стакан помещают в нагретую до кипения воду и при перемешивании растворяют желатин, после чего доливают водой до 100 см³ и вновь перемешивают. Применяют свежеприготовленный раствор.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферросиликоциркония массой 0,5 г (при массовой доле кремния от 20 до 30%) или массой 0,25 г (при массовой доле кремния свыше 30%) помещают в железный или никелевый тигель (корундизовый или алундовый), тщательно перемешивают с 4 г перекиси натрия и засыпают сверху 2 г перекиси натрия. Тигель помещают в муфельную печь, предварительно нагретую до 400°С, и нагревают до спекания массы, затем сплавляют при 750—800°С в течение 4—5 мин после расплавления смеси и получения легкоподвижной массы. Охлажденный тигель помещают в стакан из пластмассы вместимостью 500 см³, прибавляют 100 см³ воды и выщелачивают плав при комнатной температуре, прикрыв стакан часовым стеклом.

После выщелачивания плава тигель удаляют из стакана и обмывают водой, затем 2—3 раза соляной кислотой (1 : 4) и вновь 3—4 раза горячей водой. Раствор выливают в стакан вместимостью 600 см³, в который предварительно налито 25 см³ соляной кислоты. К полученному раствору прибавляют 40 см³ раствора серной кислоты и выпаривают его до выделения паров серной кислоты и продолжают выпаривание в течение 5 мин.

Стакан охлаждают, обмывают стенки небольшим количеством воды и раствор снова осторожно выпаривают до выделения паров серной кислоты в течение 5 мин.

3.2. Содержимое стакана охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, 50 см³ воды, перемешивают, прибавляют 10 см³ раствора желатина, вновь перемешивают в течение 5 мин и оставляют на 15—20 мин. Затем прибавляют воду до 200 см³ и осторожно нагревают до полного растворения солей, не допуская кипения раствора.

Осадок кремниевой кислоты быстро отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают 10 -12 раз соляной кислотой (1 : 50), а затем 3—4 раза горячей водой. Фильтр с осадком основной массы кремниевой кислоты сохраняют для последующей обработки.

3.3. Фильтрат и промывные воды помещают в тот же стакан, в котором проводилось выделение кремниевой кислоты, приливают 10—15 см³ азотной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 4—5 мин. Далее анализ проводят как указано в п. 3.2.

3.4. Фильтры с основным и дополнительно выделенным осадками кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, сушат, осторожно озоляют и прокаливают при 1000—1050°С до постоянной массы. После охлаждения тигель с осадком взвешивают. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 5—6 капель разбавленной серной кислоты, 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при 1000—1050°С в течение 15—20 мин до постоянной массы. Охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

Масса чистой двуокиси кремния соответствует разности первого и второго взвешивания.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)\ 0{,}4674}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 — масса тигля с осадком в контрольном опыте до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса тигля с остатком в контрольном опыте после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

4.2. Абсолютные расхождения параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице.

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 20,0 до 40,0 включ.	0,5
Св. 40,0 » 55,0 »	0,6

gost.e-ecolog.ru