МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОМАРГАНЕЦ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 7—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'74-198:546.28.06:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОМАРГАНЕЦ

Методы определения кремния

Ferromanganese.
Methods for the determination of silicon

ГОСТ 21876.4—76

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает методы определения кремния в ферромарганце:
фотометрический — при массовой доле кремния от 0,1 до 4,0 %;
гравиметрический — при массовой доле кремния от 0,5 до 10,0 %.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.
1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 24991 со следующим дополнением.
1.2.1. Проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613.

А. Гравиметрический метод

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на растворении навески ферромарганца в смеси азотной и серной кислот, выделении кремниевой кислоты из сернокислого раствора путем выпаривания до появления паров серной кислоты с последующим определением разницы между массой осадка до обработки фтористоводородной кислотой и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.
(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:98.
Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Печь муфельная любого типа с температурой нагрева до 1100 °С.
Смесь азотной и серной кислот; готовят следующим образом: к 660 см³ воды приливают 160 см³ серной кислоты. После охлаждения раствора добавляют 180 см³ азотной кислоты и перемешивают.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферромарганца массой 1 г (при массовой доле кремния до 2 %) и 0,5 г (при массовой доле кремния свыше 2 %) помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 50 см³ смеси азотной и серной кислот. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, которым дают выделиться 3—4 мин.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 2000

После охлаждения соли растворяют в 100 см³ воды. К раствору приливают 5 см³ соляной кислоты и нагревают раствор до полного растворения солей. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы.

Осадок на фильтре промывают вначале 5—7 раз теплой соляной кислотой, разбавленной 2:98, затем 8—10 раз теплой водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат проверяют на полноту выделенной кремниевой кислоты. Для этого в раствор приливают 5 см³ серной кислоты и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, отфильтровывают возможно выделившийся осадок кремниевой кислоты и промывают, как указано выше.

Фильтры с осадками кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, осторожно озоляют и прокаливают 40 мин при 1000±20 °С. После охлаждения в тигель с осадком добавляют четыре капли серной кислоты, разбавленной 1:1, сушат и прокаливают при 1000±20 °С до постоянной массы осадка.

Охлажденный тигель с осадком взвешивают, добавляют 3—5 капель воды, 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, 3—4 см³ фтористоводородной кислоты и содержимое тигля осторожно выпаривают до полного удаления серной кислоты. Сухой остаток прокаливают 15—20 мин при 1000±20 °С до постоянной массы остатка, охлаждают и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса тигля с остатком двуокиси кремния после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 — масса тигля с остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса навески, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в таблице.

Массовая доля кремния, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %				
	Погрешность результатов анализа Δ	Расхождение результатов двух анализов $d_к$	Расхождение двух параллельных определений d_2	Расхождение трех параллельных определений d_3	Расхождение результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,1 до 0,2 включ.	0,018	0,022	0,018	0,022	0,012
Св. 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 2,0 » 5,0 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06
» 5,0 » 10,0 »	0,15	0,20	0,15	0,20	0,10

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Б. Фотометрический метод

5. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на разложении навески и образовании желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты (при pH 1,60—1,65) с последующим восстановлением ее смесью аскорбиновой и лимонной кислот до молибденовой сини и измерении оптической плотности раствора на

спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Печь муфельная любого типа с температурой нагрева до 1100 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 3 моль/дм³.

Кислота аскорбиновая.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Смесь восстановительная свежеприготовленная: 1 г аскорбиновой кислоты и 5 г лимонной кислоты растворяют в 100 см³ воды.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 0,2 %.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 и раствор с массовой долей 1 %.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 30 %.

Смесь для сплавления: калий-натрий углекислый смешивают с борной кислотой в соотношении 2:1.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния:

Раствор А: 0,215 г двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2,5 г углекислого натрия при температуре 1000—1100 °С. Плав выщелачивают в растворе углекислого натрия, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки раствором углекислого натрия и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Массовая концентрация кремния в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Массовую концентрацию раствора устанавливают гравиметрическим методом: солянокислотным, хлорнокислотным или сернокислотным с двойным выпариванием.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают, готовят перед применением.

Массовая концентрация кремния в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

7.1. Навеску ферромарганца массой 0,5 г при массовой доле кремния от 0,1 до 0,8 %, 0,2 г при массовой доле кремния св. 0,8 до 2,0 % и 0,1 г при массовой доле кремния св. 2,0 до 4,0 % помещают в платиновый тигель и смешивают с 2,5 г смеси для сплавления. Тигель накрывают платиновой крышкой и сплавляют в муфеле при температуре 900—950 °С в течение 10 мин. Охлажденный тигель помещают в полиэтиленовый стакан, приливают 80 см³ горячего раствора соляной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения плава. Тигель удаляют из стакана и обмывают его водой. Для разрушения двуокиси марганца прибавляют несколько капель перекиси водорода и энергично перемешивают. Избыток перекиси водорода связывают несколькими каплями раствора марганцовокислого калия. Содержимое стакана охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ воды и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и через 10 мин приливают 5 см³ восстановительной смеси и доводят до метки водой.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора анализируемой пробы находят массу кремния по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью

100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001, 0,00002, 0,00003, 0,00004, 0,00005, 0,00006, 0,00007 и 0,00008 г кремния.

В девятую колбу стандартного раствора не приливают. Во все колбы приливают по 1,6 см³ раствора соляной кислоты, по 50 см³ воды и по 5 см³ молибденовокислого аммония, перемешивают и через 10 мин приливают 5 см³ восстановительной смеси, доводят до метки водой. Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 7.1.

В качестве раствора сравнения используют раствор девятой колбы, не содержащей стандартный раствор Б.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам кремния строят градуировочный график.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

8.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   А.Н. Морозов, В.Л. Зуева, П.Ф. Агафонов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.05.76 № 1263**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13091.5—67**

4. **Стандарт полностью унифицирован с БДС 7512—69**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	6
ГОСТ 3118—77	2,6
ГОСТ 3652—69	6
ГОСТ 3765—78	6
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4332—76	6
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6613—86	1.2.1
ГОСТ 9428—73	6
ГОСТ 9656—75	6
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 10929—76	6
ГОСТ 24991—81	1.2
ГОСТ 20490—75	6
ГОСТ 28473—90	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ИЗДАНИЕ (апрель 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., марте 1989 г. (ИУС 8—84, 6—89)**

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *И.С.Гришанова*
Корректор *Т.И.Кононенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.04.2000. Подписано в печать 16.05.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 130 экз. С 5098. Зак. 416.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru