ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 14858.4—91, ГОСТ 14858.6—91
ГОСТ 14858.7—91

Издание официальное

БЗ 7—91/812

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'782.9:543.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

Метод определения кремния

Silicocalcium.
Method for the determination of silicon

ГОСТ
14858.4—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния при его массовой доле от 30 до 75 %.

Метод основан на сплавлении пробы с карбонатом калия — натрия или гидроксидом калия, выделении кремния в присутствии раствора желатина и гравиметрическом определении массовой доли кремния после обработки фтористоводородной кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:3 и 1:49.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1:500.

Железо треххлористое 6-водное, раствор 100 г/дм³ по ГОСТ 4147.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм³, свежеприготовленный: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 40—50 см³ воды и оставляют на 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая. Затем раствор слабо наг-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991
Настоящие стандарты не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Госстандарта СССР

ревают и при перемешивании растворяют желатин, охлаждают, разбавляют водой до объема 100 см³ и вновь перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой 0,25 г помещают в стеклоуглеродистый тигель, содержащий 3 г гидроксида калия, покрывают навеску 2 г гидроксида калия и приливают 1 см³ этилового спирта. Тигель нагревают на плите до расплавления содержимого и образования корки. Затем помещают тигель в муфель, нагретый до температуры 380—400 °С, и выдерживают при этой температуре 10—15 мин.

Или: навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновый тигель, содержащий 7 г карбоната калия-натрия, тщательно перемешивают, насыпают 1 г карбоната калия-натрия и нагревают в течение 5 мин при температуре 500—550 °С. Затем повышают температуру до 1000 °С и продолжают сплавление в течение 20 мин.

Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты 1:3, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения плава. Тигель вынимают, обмывают водой и удаляют. К полученному раствору добавляют 30 см³ соляной кислоты, выпаривают досуха и высушивают в течение 30—40 мин при температуре около 130 °С. Остаток охлаждают, добавляют 15—20 см³ соляной кислоты и нагревают до полного растворения солей. Затем при перемешивании добавляют 4 см³ раствора желатина, оставляют на 10—15 мин, добавляют 70—80 см³ горячей воды, перемешивают и вновь оставляют для коагуляции осадка. Осадок фильтруют на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, промывают 10—12 раз горячим раствором соляной кислоты 1:49, а затем 5—6 раз горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют (осадок 1).

К фильтрату добавляют 10—15 см³ азотной кислоты, выпаривают досуха и высушивают в течение 30—40 мин при температуре около 130 °С. Остаток охлаждают, добавляют 10 см³ соляной кислоты и раствор выпаривают досуха. Остаток растворяют в 15—20 см³ соляной кислоты и нагревают до полного растворения солей, перемешивая добавляют 4 см³ раствора желатина, оставляют на 10—15 мин, добавляют 70—80 см³ горячей воды, перемешивают и оставляют для коагуляции осадка. Осадок фильтруют и промывают вышеуказанным способом. Фильтр с осадком сохраняют (осадок 2).

Для выделения остатка кремниевой кислоты к фильтрату добавляют 5 см³ азотной кислоты, выпаривают раствор до объема около 100 см³, добавляют 10 см³ раствора треххлористого железа, а затем аммиак до выделения осадка гидроксидов железа (pH раствора около 6). Осадок фильтруют на фильтр средней плот-

ности и промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака. Осадок с фильтра смывают водой в стакан, в котором проводилось осаждение гидроксидов, добавляют 20 см³ раствора серной кислоты, выпаривают до густых паров серной кислоты и выдерживают в этом состоянии около 5 мин. После охлаждения добавляют 10 см³ соляной кислоты, 50 см³ горячей воды и нагревают до полного растворения солей. К горячему раствору добавляют, перемешивая, 4 см³ раствора желатина и выделенную кремниевую кислоту фильтруют и промывают вышеуказанным способом. Фильтр с осадком сохраняют (осадок 3).

Фильтры с осадками 1, 2, 3 помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 40 мин. После охлаждения увлажняют осадок несколькими каплями серной кислоты, осторожно выпаривают до полного удаления серной кислоты и вновь прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 40 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

Затем содержимое тигля увлажняют 3—4 каплями раствора серной кислоты, добавляют 7—10 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до полного удаления паров серной кислоты. Сухой остаток прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 20 мин и после охлаждения в эксикаторе снова взвешивают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

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

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса тигля с остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

0,4674 — коэффициент пересчета диоксида кремния на кремний;

m — масса навески пробы, г.

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

Массовая доля кремния, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 30 до 50 включ.	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3
Св 50 » 75 »	0,7	0,8	0,7	0,8	0,4

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, Л. М. Клейнер, В. П. Глухова, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 02.10.91 № 1578

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14858.4—81

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4147—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4332—76	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 11293—78	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

gost.e-ecolog.ru