ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

ГОСТ 13151.5—89
(СТ СЭВ 1230—88)

Издание официальное

3 коп. БЗ 2—89/168

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15.28-198:546.28.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Метод определения кремния

Ferromolybdenum. Method for the determination of silicon

ГОСТ 13151.5—89

(СТ СЭВ 1230—88)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.1990
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния в ферромолибдене (при массовой доле кремния от 0,2 до 10%).

Метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливании ее до двуокиси кремния и удалении в виде тетрафторида кремния. Массовую долю кремния рассчитывают по разности масс осадков до обработки фтористоводородной кислотой и остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27349.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1 : 1.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 20.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Натрия пероксид.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферромолибдена массой, приведенной в табл. 1, помещают в стакан вместимостью 400 см³, прибавляют 30—40 см³ азотной кислоты, прикрывают часовым стеклом и нагревают до полного разложения.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г
От 0,2 до 1,0 включ.	2,0
Св. 1,0 » 5,0 »	1,0
» 5,0 » 10,0 »	0,5

В случае анализа ферромолибдена, нерастворимого в кислотах, навеску массой, приведенной в табл. 1, помещают в железный или никелевый тигель, куда предварительно насыпано 5 г пероксида натрия. Содержимое тигля хорошо перемешивают металлическим прутком и прибавляют 2 г пероксида натрия. Тигель нагревают на плите до отставания содержимого от его стенок, затем помещают в муфельную печь, нагретую до (750±50)°С, и сплавляют при этой температуре в течение 4—6 мин. После охлаждения тигель помещают в пластмассовый или фторопластовый стакан вместимостью 400—500 см³, добавляют 150—200 см³ воды и выщелачивают плав при комнатной температуре. После растворения плава тигель удаляют из стакана и обмывают его сначала водой, а затем 2—3 раза соляной кислотой (1 : 1) и вновь 3—4 раза водой. Раствор переносят в стакан вместимостью 600 см³, в который предварительно налито 25 см³ соляной кислоты.

Затем, при любом из указанных методов разложения навески, в стакан приливают 30—40 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5—8 мин. После охлаждения прибавляют 30—50 см³ соляной кислоты, нагревают, разбавляют горячей водой до 100—150 см³ и снова нагревают до растворения солей. Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр средней плотности с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы.

Фильтр с осадком промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты (1 : 20) и 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

При массовой доле кремния свыше 4% делают повторное выделение из фильтрата кремниевой кислоты. Для этого фильтрат и промывные воды выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5—8 мин. После охлаждения прибавляют 10 см³ соляной кислоты, нагревают, разбавляют горячей водой до 100 см³, снова нагревают до растворения солей, фильтруют и промывают, как описано выше.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре (1050±50)°С в течение 40 мин.

Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре (1050±50)°С в течение 40 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

В тигель добавляют 3—4 капли серной кислоты (1 : 1), 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре (825±25)°С (во избежание улетучивания вольфрама) в течение 15—30 мин, охлаждают и снова взвешивают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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 контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

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

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний;

m — масса навески, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух анализов $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения, δ
От 0,2 до 0,5 включ.	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
Св. 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 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06
» 5 » 10 »	0,13	0,17	0,14	0,17	0,09

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

   ИСПОЛНИТЕЛИ

   В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 07.04.89 № 967

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1230—88

5. ВЗАМЕН ГОСТ 13151.5—80

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 27349—86	1.1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Л. А. Никитина*
Корректор *Р. Н. Корчагина*

Сдано в наб. 20.04.89 Подп. в печ. 24.05.89 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,25 уч.-изд. л. Тираж 10 000 Цена 3 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 505

gost.e-ecolog.ru