УДК 669.26:546.28.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ГОСТ 13020.5—85

(СТ СЭВ 4505—84)

## ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

## Методы определения кремния

Metallic chrome.
Methods for determination of silicon

Взамен
ГОСТ 13020.5—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1410 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле кремния от 0,1 до 0,4%) и гравиметрический хлорно-кислотный (при массовой доле кремния от 0,4 до 1,0%) методы определения кремния в металлическом хроме.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4505–84.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

### 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты в солянокислом растворе, восстановлении этого соединения аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 630 до 900 нм.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 4:5.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, 8 %-ный раствор. Хранят в посуде из полиэтилена.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный раствор; готовят перед применением.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5 %-ный раствор, свежеприготовленный. Хранят в посуде из полиэтилена.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

2.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты (1:3) и нагревают в течение 3—5 мин, не допуская кипения раствора. Приливают 2—3 капли азотной кислоты и продолжают нагревание до полного растворения навески, затем приливают 20 см³ воды. Раствор фильтруют через быстрофильтрующий фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см³ и промывают остаток на фильтре 3—4 раза небольшими порциями горячей воды. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Остаток прокаливают при 800—900 °С, а затем сплавляют с 0,5 г углекислого натрия при 950 °С в течение 20—30 мин.

Тигель охлаждают и помещают в стакан вместимостью 100 см³. В тигель осторожно приливают 3 см³ раствора соляной кислоты (1:3) и плав выщелачивают при слабом нагревании.

Полученный раствор присоединяют к основному фильтрату и доливают до метки водой.

В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают по 20 см³ анализируемого раствора, по 40—50 см³ воды и в одну из них добавляют 10 см³ раствора молибденовокислого аммония.

Раствор, в который не добавляли молибденовокислый аммоний, используют в качестве раствора сравнения. Возможное появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о pH 1,3—1,5, необходимом для образования кремнемолибденовокислого комплекса.

Через 15 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония при постоянном перемешивании в обе колбы приливают по 5 см³ серной кислоты (4:5), по 5 см³ раствора щавелевой кислоты и по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Затем раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 30 мин на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 630 до 900 нм.

Массу кремния находят методом сравнения со стандартными образцами металлического хрома, близкими по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенными через все стадии анализа.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot (D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где $C$ — массовая доля кремния в стандартном образце, %;

$D$ — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

$D_1$ — оптическая плотность раствора стандартного образца;

$D_2$ — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля кремния, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,10 до 0,20 включ. | 0,025 |
| Св. 0,20 » 0,50 » | 0,04 |
| » 0,5 » 1,0 » | 0,06 |

## 3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из хлорнокислого раствора пробы путем выпаривания его до выделения обильных паров хлорной кислоты и последующем определении взвешиванием разницы между массой осадка до обработки фтористоводородной кислотой и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная, 42 или 57 %-ный раствор.

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 2,0 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 30—40 см³ соляной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения навески раствор окисля-

ют азотной кислотой, приливают 40 см³ хлорной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты, которым дают выделяться в течение 15—20 мин. После этого стакан снимают с плиты, охлаждают, обмывают его стенки небольшим количеством воды и раствор снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты, которым дают выделяться в течение 10—15 мин.

Содержимое стакана охлаждают, приливают при перемешивании 50 см³ холодной воды, 10 см³ соляной кислоты, а затем 150 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. После этого осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают его 12—15 раз теплым раствором соляной кислоты и 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат выпаривают до объема примерно 50 см³, прибавляют 15 см³ хлорной кислоты и выпаривают до выделения ее обильных паров. Раствор охлаждают, приливают 150 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, отфильтровывают осадок кремниевой кислоты и промывают, как указано выше.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, осторожно озоляют и прокаливают в течение 40 мин при температуре 1000—1100 °С. После охлаждения в тигель с осадком добавляют три капли разбавленной серной кислоты, сушат и прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 1 ч. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе, взвешивают, осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли разбавленной серной кислоты, 5—6 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

3.4. Обработка результатов

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

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

где $m_1$ — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

$m_2$ — масса тигля с остатком после обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

$m_3$ — масса тигля с осадком двуокиси кремния в контрольном опыте до обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

$m_4$ — масса тигля с остатком в контрольном опыте после обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

$m$ — масса навески, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

gost.e-ecolog.ru