УДК 669.15'292—198 : 546.28.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВАНАДИЙ

Методы определения кремния

Ferrovanadium.
Methods for determination of silicon

ГОСТ 13217.4—90

(СТ СЭВ 1210—89)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и атомно-абсорбционный методы определения кремния при массовой доле его от 0,2 до 4,0%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении из сернокислого раствора кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливании ее до диоксида кремния и удалении в виде тетрафторида кремния. Массовую долю кремния вычисляют по разности между массой осадка до обработки фтористоводородной кислоты и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрия пероксид.

2.3. Проведение анализа

Навеску массой 2,0 г при массовой доле кремния до 0,5% или 1,0 г при массовой доле кремния свыше 0,5% помещают в стакан

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

вместимостью 250—300 см³ и приливают 50 см³ раствора серной кислоты 1 : 4.

Нагревают до полного растворения навески, осторожно приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают раствор до паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин.

В случае труднорастворимого в кислотах феррованадия навеску помещают в железный или никелевый тигель и смешивают с 5—6 г пероксида натрия. Содержимое тигля нагревают при температуре 300—400 °С до спекания пробы, а затем сплавляют при температуре 650—700 °С в течение 5—6 мин. Затем тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан из фторопласта вместимостью 400—500 см³, приливают 80—100 см³ воды и выщелачивают плав без нагревания.

После выщелачивания плава тигель извлекают, протирают его стенки стеклянной палочкой с резиновым наконечником и ополаскивают водой. Раствор осторожно переносят в стеклянный стакан, в котором находится 10 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, и приливают 30 см³ раствора серной кислоты 1 : 1. Раствор выпаривают до паров серной кислоты, которым дают выделяться 5 мин.

При любом способе разложения содержимое стакана охлаждают, осторожно приливают 10 см³ соляной кислоты, приливают 100—150 см³ теплой воды и нагревают до растворения солей.

Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр средней плотности с небольшим количеством беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты и затем 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат переносят в стакан, снова выпаривают до паров серной кислоты и дополнительно выделяют кремниевую кислоту, как указано выше.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают в течение 40 мин при температуре 1000—1050 °С.

После охлаждения в тигель с осадком добавляют три капли раствора серной кислоты 1 : 1, выпаривают до удаления паров серной кислоты и прокаливают при температуре 1000—1050 °С в течение 10 мин.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе, взвешивают, осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли раствора серной кислоты 1 : 1, 5—6 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре 1000—1050 °С в течение 15—20 мин, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0{,}4674}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

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 пробы, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
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 » 4,0 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции кремния в пламени закись азота — ацетилен при длине волны 251,6 нм с предварительным растворением навески пробы в растворе азотной кислоты.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, растворы 1 : 1, 1 : 20.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1 : 1 и 1 : 50.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Желатин, раствор 5 г/дм^3.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111, раствор, содержащий 20 г/дм^3 железа: 144,3 г азотнокислого железа растворяют в 500 см^3 раствора азотной кислоты 1 : 20, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Фоновый раствор: 50 г калия-натрия углекислого растворяют в 150 см^3 воды, добавляют 50 см^3 раствора азотной кислоты 1 : 1, кипятят до удаления углекислого газа. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм^3; хранят в посуде из полиэтилена.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартный раствор кремния: 2,1394 г двуокиси кремния, предварительно прокаленной при температуре 950—1000 °С и охлажденной в эксикаторе, помещают в платиновый тигель, прибавляют 6 г калия-натрия углекислого, перемешивают и сплавляют при температуре 800—850 °С в течение 30—40 мин.

Тигель охлаждают, плав выщелачивают в 200 см^3 горячей воды в стакане из фторопласта и приливают 20 см^3 раствора гидроксида натрия.

Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор в колбе охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и переливают в посуду из полиэтилена. Раствор хранят не более 30 суток.

Для определения массовой концентрации кремния в стакан вместимостью 250 см^3 помещают 50,0 см^3 стандартного раствора, приливают 30 см^3 раствора серной кислоты, нагревают до выделения ее паров, а затем еще 10—15 мин, и охлаждают. Осторожно приливают 15 см^3 воды, 10 см^3 раствора желатина, перемешивают, приливают 100 см^3 горячей воды, снова перемешивают и через 5 мин осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности с небольшим количеством беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты 1 : 50 и еще 2—3 раза горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при температуре 1000—1050 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Затем осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 3—4 капли раствора серной кислоты, 5—7 см^3 фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают досуха. Остаток в тигле прокаливают при тем-

пературе 1000—1050 °С в течение 15 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора (c), выраженную в граммах на кубический сантиметр кремния, вычисляют по формуле

$$c=\frac{[(m_1-m_2)-(m_3-m_4)]\cdot 0{,}4674}{50}, \qquad (2)$$

где 50 — объем стандартного раствора, взятый для анализа, см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан или колбу вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1 и растворяют без нагревания. После растворения добавляют 15 см³ воды и кипятят до удаления оксидов азота. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в колбу вместимостью 100 см³, фильтр промывают несколько раз горячей водой. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 650—700 °С до полного выгорания углерода. Остаток сплавляют с 1 г калия-натрия углекислого при температуре 800—850 °С в течение 10 мин.

Плав выщелачивают в горячей воде, добавляют по каплям при перемешивании раствор азотной кислоты 1 : 1 до удаления углекислого газа. Раствор охлаждают, объединяют с основным фильтратом, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

3.3.2. Атомную абсорбцию кремния измеряют параллельно в растворе контрольного опыта, растворе пробы и растворах для построения градуировочного графика при длине волны 251,6 нм в пламени закись азота-ацетилен.

3.3.3. После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора пробы находят массу кремния по градуировочному графику.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Масса кремния в атомизируемом растворе, мг	Объем стандартного раствора, см³
От 0,2 до 1 включ.	1—5	1—5
Св. 1 » 2 »	5—10	5—10
» 2 » 4 »	10—20	10—20

3.3.4. Для построения градуировочного графика в колбы вместимостью по 100 см³, помещают стандартный раствор кремния в соответствии с табл. 2. В одну из колб стандартный раствор не добавляют; во все колбы добавляют по 10 см³ раствора нитрата железа, 5 см³ фонового раствора, 15 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор кремния, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующим им массам кремния.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_5}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где m_5 — масса кремния в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в табл. 1.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 04.05.90 № 1094

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13217.4—79**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1210—89**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4111—74	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4332—76	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 9428—73	3.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 27349—87	1.1

gost.e-ecolog.ru