ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 13230.1-81—ГОСТ 13230.9-81
(СТ СЭВ 2192-80—СТ СЭВ 2197-80)

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 13230.1-81 — ГОСТ 13230.9-81
(СТ СЭВ 2192-80 — СТ СЭВ 2197-80)

Издание официальное

МОСКВА — 1981

РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. Г. Мизин, В. Л. Зуева, П. Ф. Агафонов, Е. М. Познякова

ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **А. А. Кугушин**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028

© Издательство стандартов, 1981

УДК 669.15'782—198 : 546.28.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13230.1—81

(СТ СЭВ 2192—80)

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Методы определения кремния

Ferrosilicon. Methods for the determination of silicon

Взамен
ГОСТ 13230.1—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028 срок действия установлен

с 01.01 1983 г.
до 01.01 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения кремния в ферросилиции: гравиметрический солянокислотный (при массовой доле кремния от 14 до 95%) и титриметрический алкалиметрический (при массовой доле кремния от 14 до 65%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2192—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 20016—74 со следующим дополнением: лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СОЛЯНОКИСЛОТНЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на разложении ферросилиция сплавлением с перекисью натрия и коагуляции кремниевой кислоты в присутствии желатина из солянокислого раствора при температуре не выше 60°С. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают, прокаливают, взвешивают, обрабатывают смесью плавиковой и серной кислот, снова прокаливают до постоянной массы и взвешивают.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Масса чистой двуокиси кремния соответствует разности между первым и вторым взвешиванием.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 8 и 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрия перекись.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор с массовой концентрацией железа 10 мг/см³ раствора.

Желатин по ГОСТ 11293—78, 1%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1 : 500.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферросилиция 0,50 г (при массовой доле кремния от 14 до 30%), 0,25 г (при массовой доле кремния свыше 30 до 75%) или 0,10 г (при массовой доле кремния свыше 75%) помещают в железный или никелевый тигель, тщательно перемешивают с 5 г перекиси натрия и засыпают сверху 1 г перекиси натрия. Тигель помещают в муфельную печь, нагретую до 400°С, и нагревают до спекания массы, а затем сплавляют при 750—800°С в течение 4—5 мин после расплавления смеси и получения легкоподвижной массы. Охлажденный тигель помещают в стакан из пластмассы вместимостью 500 см³, прибавляют в него 150—200 см³ воды и выщелачивают плав при комнатной температуре, прикрыв стакан часовым стеклом. После растворения плава тигель удаляют из стакана и обмывают водой, а затем 2—3 раза соляной кислотой (1 : 1), и вновь 3—4 раза горячей водой. Раствор вливают в стакан вместимостью 600 см³, в который предварительно налито 40 см³ соляной кислоты. Выпаривают раствор до состояния влажных солей. После охлаждения прибавляют при энергичном перемешивании 15—20 см³ соляной кислоты, 2 см³ раствора желатина, перемешивают, через 1—2 мин прибавляют еще 2 см³ раствора желатина, снова перемешивают и оставляют на 10—15 мин. Полученный раствор разбавляют водой, нагретой до 50—60°С, до объема 70—80 см³, перемешивают и дают осадку отстояться. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, промывают 10—12 раз теплым раствором соляной кислоты (1:50), а затем 5—6 раз горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют. Фильтрат проверяют на полноту выделения кремниевой кислоты, предварительно разрушая органические вещества. Для этой цели к фильтрату, нагретому до кипения, прибавляют 10—15 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха; выпаривание

с соляной кислотой повторяют дважды. Дальнейшие операции — выпаривание до состояния влажных солей, выделение кремниевой кислоты с желатином, фильтрование и промывание осадка проводят как описано выше.

2.3.2. Фильтрат и промывные воды после вторичного выделения кремниевой кислоты помещают в тот же стакан, в котором проводилось выпаривание, приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают раствор до 100 см³.

К горячему раствору приливают 10 см³ хлорного железа и осаждают железо (совместно с кремниевой кислотой) аммиаком, приливая последний до появления запаха.

Осадок отфильтровывают на быстрофильтрующий фильтр и промывают его 3—4 раза горячим раствором аммиака (1 : 500).

Осадок гидроокисей металлов смывают водой из промывалки в стакан, в котором проводилось осаждение железа, приливают 20 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин. Содержимое стакана охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, 50 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей.

К горячему раствору 60—70°С приливают 5 см³ раствора желатина и хорошо перемешивают. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на среднефильтрующий фильтр и промывают 8—10 раз горячим раствором соляной кислоты (1 : 50) и 3—4 раза горячей водой.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают 40 мин при температуре 1000—1050°С. После охлаждения в тигель с осадком добавляют три капли разбавленной серной кислоты, сушат и прокаливают при 1000—1050°С до постоянной массы осадка. Тигель с осадком взвешивают, осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли разбавленной серной кислоты, 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре 1000—1050°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

Масса чистой двуокиси кремния соответствует разности первого и второго взвешивания.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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.

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

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 14 до 25	0,3
Св. 25 „ 50	0,5
„ 50 „ 80	0,6
„ 80 „ 95	0,8

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АЛКАЛИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении кремниевой кислоты в виде труднорастворимого кремнефторида калия. Осадок кремнефторида калия подвергают гидролизу горячей водой в присутствии хлористого кальция. Выделенную при этом хлористоводородную кислоту в количестве, эквивалентном содержанию фтористоводородной кислоты, оттитровывают раствором щелочи в присутствии смешанного индикатора.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, 20%-ный раствор и нейтрализованный 10%-ный раствор. Последний готовят следующим образом: к 1 дм^3 10%-ного раствора хлористого калия добавляют 10 капель смешанного индикатора, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до появления зеленого цвета.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, 40%-ный раствор. Раствор нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по индикатору, метиловому красному.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 1%-ный раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51 и спиртовой 0,1%-ный раствор.

Метиленовый голубой.

Индикатор смешанный: 0,125 г метиленового красного и 0,083 г метиленового голубого растворяют в 100 см³ этилового спирта; применяют через сутки после приготовления.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,25 моль/дм³: 10 г гидроокиси натрия растворяют в 1 дм³ воды, добавляют 2 см³ раствора хлористого бария и дают стоять раствору в течение 3 сут до полного отстаивания осадка. Осадок отфильтровывают.

Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия (C), выраженную в г/см³ кремния, устанавливают по стандартным образцам ферросилиция, близким по составу и проведенным через все стадии анализа, как указано в п. 3.3 и вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1 \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где C_1 — массовая доля кремния в стандартном образце, %;

m — масса навески, г;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферросилиция 0,2 г (при массовой доле кремния до 20%) или 0,1 г (при массовой доле кремния свыше 20%) помещают в пластмассовый стакан (тетрафторпластовый, полиэтиленовый и др.), приливают 25 см³ азотной кислоты, перемешивают, затем добавляют 10 см³ плавиковой кислоты, закрывают стакан пластмассовой крышкой и перемешивают в течение 1—2 мин. Раствор не следует нагревать.

При анализе низкокремнистых сплавов наблюдается легкий осадок черного цвета.

Крышку стакана снимают, удаляют окислы азота выдуванием резиновой грушей, обмывают крышку и стакан примерно 10 см³ воды, добавляют 40 см³ 20%-ного раствора хлористого калия, перемешивают и ставят раствор охлаждаться в проточную воду или холодильник до температуры от 10 до 15°С.

Выпавший осадок кремнефторида калия фильтруют под вакуумом при помощи водоструйного насоса через воронку из пластмассы, в которой находится фильтробумажная масса.

Стакан и осадок промывают охлажденным нейтрализованным раствором хлористого калия. Промывание ведется до появления зеленой окраски промывных вод.

По окончании промывания фильтробумажную массу с осадком переносят в широкогорлую колбу или высокий стакан вмести-

мостью 500 см³ и приливают 150—200 см³ кипящей дистиллированной воды, которую предварительно нейтрализуют по смешанному индикатору раствором гидроокиси натрия до слабо-зеленого цвета. Стакан, в котором проводилось осаждение кремния, также обмывают горячей водой.

Содержимое колбы (стакана) тщательно перемешивают, добавляют 10 см³ раствора хлористого кальция, 10 капель смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до устойчивой зеленой окраски раствора. Затем стакан ставят на плиту, покрытую асбестом, и дополнительно нагревают. Если появится малиновый цвет раствор снова титруют раствором гидроокиси натрия до зеленого цвета.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C(V - V_1)}{m} \cdot 100,$$

где C — массовая концентрация раствора гидроокиси натрия по кремнию, г/см³;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

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

Группа В19

Изменение № 1 ГОСТ 13230.1—81 Ферросилиций. Методы определения кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.02.87 № 279

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 20016—74 на ГОСТ 24991—81.

Пункт 2.2. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3».

Пункт 2.3.2. Шестой абзац после слов «в платиновый тигель» дополнить словами: «или тигель из стеклоуглерода».

Пункт 2.4.1. Формулу изложить в новой редакции:

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

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(Продолжение см. с. 46)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13230.1—81)

Пункт 3.1. Заменить слова: «кремниевой кислоты» на «кремния».

Пункт 3.2. Исключить слова: «по ГОСТ 5853—51»;

заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3», «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3» (2 раза), «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 400 г/дм^3», «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3», «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3».

Пункт 3.4.2. изложить в новой редакции: «3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в п. 2.4.2».

(ИУС № 5 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru