ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80; ГОСТ 16412.9—80

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий

ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР

Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР **Г. С. Писаренко**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689

УДК 669.11—492 : 546.28.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 16412.3—80

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения кремния

Iron powder. Methods for the determination of silicon

Взамен
ГОСТ 16412.3—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07 1981 г.
до 01.07 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический солянокислый метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,2% и выше) и фотоколориметрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,1 до 0,5%) в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16412.0—80.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СОЛЯНОКИСЛЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении железного порошка в соляной кислоте и выделении образовавшейся кремниевой кислоты в осадок выпариванием раствора досуха.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1; 1 : 2 и 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.
Калий роданистый по ГОСТ 4139—75.

2.3. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 2 г (при массовой доле кремния от 0,20 до 0,50%) и 1 г (при массовой доле кремния свыше 0,50%) помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 50 мл соляной кислоты (1 : 1) и растворяют при слабом нагревании в течение 7—10 мин. Добавляют 5 мл азотной кислоты и продолжают нагревание до растворения пробы. Затем к раствору приливают 20—30 мл горячей воды и фильтруют нерастворившийся в кислотах остаток на фильтр средней плотности «белая лента». Осадок промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (1 : 50), помещают его в платиновый тигель, высушивают и озоляют.

Тигель охлаждают, добавляют 1 г углекислого натрия, накрывают крышкой и сплавляют при температуре не ниже 1000°С.

Тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 200 мл, прибавляют 20 мл соляной кислоты (1 : 2) и нагревают до полного растворения плава. Тигель с крышкой извлекают из стакана, ополаскивают водой и присоединяют раствор к основному фильтрату.

Раствор осторожно выпаривают досуха, прокаливая остаток при температуре 130—140°С.

Сухой остаток смачивают 10 мл соляной кислоты и снова выпаривают досуха.

После охлаждения к сухому остатку приливают 10—20 мл соляной кислоты, нагревают в течение 2—3 мин, добавляют 100—150 мл горячей воды и нагревают содержимое стакана до растворения солей.

Горячий раствор с осадком кремниевой кислоты быстро фильтруют на два фильтра «белая лента».

Осадок промывают горячей соляной кислотой (1 : 50) до отрицательной реакции промывных вод на железо (по реакции с раствором роданистого калия) и затем 2—3 раза водой. Фильтр с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 1000—1100°С до постоянной массы.

Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают 3—5 каплями воды, добавляют 2—3 капли серной кислоты, 3—5 мл фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре 1000—1100°С до постоянной массы.

2.4. Обработка результатов

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, г;

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

0,4674 — коэффициент пересчета с двуокиси кремния на кремний;

m — масса навески железного порошка, г.

2.5. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице (см. п. 3.5).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты, восстановления этого соединения аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Влияние фосфорномолибденового комплекса и ионов Fe (III) устраняют добавлением лимонной кислоты.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

Фотоколориметр ФЭК-56 или аналогичного типа, обеспечивающий такую же погрешность измерений.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 5, 1 : 20 и 1 : 200.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1 и 4 : 5.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 8%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5%-ный раствор, приготовленный из перекристаллизованного реактива. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 10%-ный раствор.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76, 2%-ный раствор; готовят непосредственно перед употреблением.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Натрий кремнекислый, стандартный раствор; 0,2139 г двуокиси кремния, предварительно прокаленной до постоянной массы при температуре 1000—1100°С, помещают в платиновый тигель, прибавляют 2 г углекислого натрия, закрывают платиновой крышкой и сплавляют при температуре 1000—1100°С. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 50 мл воды и нагревают до полного растворения плава. Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 л. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой. Раствор в колбе охлаждают, добавляют 20 мл раствора гидроокиси натрия, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор кремнекислого натрия хранят в полиэтиленовой посуде.

1 мл раствора содержит около 0,0001 г кремния.

Устанавливают титр стандартного раствора кремнекислого натрия: 100 мл раствора помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 5—7 мл соляной кислоты, снова выпаривают досуха и нагревают в течение 1 ч при температуре 130—140°С. Приливают 10—15 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 100 мл горячей воды и нагревают до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на два фильтра «белая лента». Осадок промывают 5 раз горячей соляной кислотой (1 : 20) и еще 2 раза горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при температуре 1000—1100°С. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 2—3 капли серной кислоты, 3—5 мл фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля досуха. Остаток в тигле прокаливают при температуре 1000—1100°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Титр раствора (T), выраженный в граммах кремния, вычисляют по формуле

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

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;

100 — объем стандартного раствора, взятый для анализа, мл.

Железо карбонильное, ос. ч.

3.3. Проведение анализа

Массу навески железного порошка 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 20 мл соляной кислоты (1 : 5), нагревают 5—7 мин, не доводя до кипения. Затем приливают 1 мл азотной кислоты и продолжают нагревать до полного растворения навески. Приливают 20 мл воды и кипятят 7—10 мин до полного удаления окислов азота. Не растворившийся в кислотах остаток отфильтровывают на фильтр «синяя лента».

Стакан протирают кусочком фильтра и споласкивают водой. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 200. Фильтрат сохраняют (раствор А) Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Затем прибавляют 0,5 г углекислого натрия и сплавляют в течение 15 мин при температуре не ниже 1000°С. Тигель охлаждают, помещают в стакан, в котором проводилось растворение навески, приливают 15 мл соляной кслоты (1 : 5) и нагревают до полного растворения плава. Тигель вынимают, ополаскивают водой; раствор охлаждают, присоединяют к раствору А, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в коническую колбу вместимостью 100 мл, отбрасывая первые порции фильтрата, предварительно ополоснув ими колбу.

Отбирают аликвотную часть раствора 10 мл, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 50 мл воды и 10 мл раствора молибденовокислого аммония. Появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о кислотности раствора, необходимой для образования кремнемолибденового комплекса. Через 10 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония приливают 5 мл серной кислоты (4 : 5), 5 мл раствора лимонной кислоты и 5 мл раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы перемешивают. Полученный раствор доливают водой до метки, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Величину оптической плотности раствора измеряют на фотоколориметре с красным светофильтром (λ_{max}=610 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора анализируемой пробы, в которую добавляют все реактивы, кроме молибденовокислого аммония.

Массовую долю кремния с учетом поправки контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

В пять стаканов вместимостью 200 мл помещают по 0,2 г карбонильного железа. Приливают 20 мл соляной кислоты (1 : 5), нагревают 2—3 мин и приливают 1 мл азотной кислоты. Добавляют 20 мл горячей воды и кипятят в течение 7—10 мин для удаления окислов азота. В стаканы приливют 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора кремнекислого натрия, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5% кремния при навеске массой 0,2 г и аликвотной части раствора пробы 10 мл. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

В мерные колбы вместимостью 100 мл помещают 10 мл раствора, приливают 50 мл воды, добавляют 10 мл раствора молибденовокислого аммония. Через 10 мин прибавляют 5 мл серной кислоты (4 : 5), 5 мл раствора лимонной кислоты и 5 мл раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы перемешивают. Затем растворы доливают водой до метки, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин.

Величину оптической плотности растворов измеряют на фотоколориметре с красным светофильтром (λ=610 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

Шестая колба служит для приготовления раствора сравнения, который проводят через все стадии анализа, к раствору добавляют все реактивы, кроме молибденовокислого аммония.

По полученным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им значениям концентраций кремния строят градуировочный график.

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

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,10	0,01
Св. 0,10 „ 0,20	0,02
„ 0,20 „ 0,50	0,03
„ 0,50 „ 1,00	0,04
„ 1,00 „ 2,00	0,07

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа. . . 3

ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . . 8

ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . . 16

ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . 22

ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . . 28

ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . 35

ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . . 39

ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца 48

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 п. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021

gost.e-ecolog.ru