УДК 669.15'26—198:546.28.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 21600.3—83

(СТ СЭВ 3609—82)

ФЕРРОХРОМ

Метод определения кремния

Ferrochrome. Method for the determination of silicon

Взамен ГОСТ 21600.3—76

ОКП 08 4000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1983 г. № 2122 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния в феррохроме (при массовой доле кремния от 0,4 до 12%).

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

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3609—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба — по ГОСТ 24991—81 и ГОСТ 23176—78 с дополнениями, указанными в табл. 1.

Таблица 1

Группа феррохрома по ГОСТ 4757—79	Приготовление пробы
Низкоуглеродистый, среднеуглеродистый и азотированный с массовой долей азота менее 4%	Стружка толщиной 0,1—0,2 мм, размельченная в агатовой ступке до крупности частиц, проходящих через сито с сеткой № 1,6 по ГОСТ 6613—73
Углеродистый и азотированный с массовой долей азота 4% и более	Тонкий порошок с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 008 по ГОСТ 6613—73

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 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, плотностью 1,53 или 1,67 г/см^3.
Натрия перекись.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску феррохрома массой 1,0 г при массовой доле кремния до 1,0% или 0,5 г при массовой доле кремния свыше 1,0% помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 15 см^3 серной кислоты, предварительно добавив 40—50 см^3 воды. После растворения навески к раствору приливают 5 см^3 азотной кислоты, 25 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до выделения паров хлорной кислоты.

При анализе трудноразлагаемого феррохрома навеску помещают в железный или никелевый тигель, тщательно перемешивают с 5 г перекиси натрия, засыпают сверху 1 г перекиси натрия и сплавляют. Сплавление проводят в муфельной печи, сначала при умеренном, а затем при более сильном нагревании 750—800°С в течение 4—5 мин до получения жидкой легкоподвижной массы. Охлажденный тигель помещают в стакан из пластмассы вместимостью 500 см^3, прибавляют в него 150—200 см^3 воды и выщелачивают плав при комнатной температуре, прикрыв стакан часовым стеклом. После растворения плава, тигель удаляют из стакана и обмывают его водой, а затем 2—3 раза раствором соляной кислоты (1 : 1) и вновь 3—4 раза горячей водой. Раствор переносят в стакан вместимостью 600 см^3, куда предварительно налито 40 см^3 соляной кислоты и выпаривают до состояния влажных солей. Приливают 100 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до выделения паров хлорной кислоты.

Растворы, полученные после кислотного разложения или после сплавления с перекисью натрия, накрывают часовым стеклом и продолжают выпаривание в течение 15—20 мин. После этого раствор охлаждают, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды и снова выпаривают в течение 10—15 мин от начала выделения паров хлорной кислоты.

Содержимое стакана охлаждают, приливают при перемешивании 50 см^3 холодной воды, 10 см^3 соляной кислоты, а затем 150 см^3 горячей воды и нагревают до растворения солей, после чего осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы и промывают его 12—15 раз теплым раствором соляной

кислоты (1 : 50) и под конец 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат выпаривают до объема примерно 50 см³, прибавляют 25 см³ хлорной кислоты и выпаривают до выделения обильных ее 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—1050°С. После охлаждения в тигель с осадком добавляют три капли раствора серной кислоты, сушат и прокаливают при температуре 1000—1050°С до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе, взвешивают, осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли раствора серной кислоты, 5—7 см³ раствора 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.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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 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.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,4 до 0,8 включ.	0,05
Св. 0,8 » 1,5 »	0,07
» 1,5 » 3,0 »	0,10
» 3,0 » 6,0 »	0,15
» 6,0 » 12,0 »	0,20

Изменение № 1 ГОСТ 21600.3—83 Феррохром. Метод определения кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.09.88 № 3198

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 08 4000 на ОКСТУ 0809

Вводная часть. Заменить значение: 0,4 на 0,1.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86; исключить ссылку: ГОСТ 23176—78.

Раздел 3. Первый абзац. Заменить норму: 1,0 г на 2,0 г.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли кремния приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Δ, %	Допускаемые расхождения, %			δ, %
		$d_к$	d_2	d_3	
От 0,1 до 0,2 включ.	0,018	0,022	0,018	0,022	0,012
Св. 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 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 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06
» 5,0 » 10 »	0,13	0,17	0,14	0,17	0,09
» 10 » 12 »	0,22	0,28	0,23	0,28	0,14

(ИУС № 1 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru