УДК 669.11—492.001.4 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения кремния

Iron powder
Methods for the determination of silicon

ГОСТ
16412.3—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический (при массовой доле кремния от 0,2% и выше) и фотометрический (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,5%) методы определения кремния в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении кремния в виде полимеризованной кремниевой кислоты из кислого раствора, ее дегидратации и взвешивании полученного диоксида кремния.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли платиновые по ГОСТ 6563

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1, 1 : 2 и 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий роданистый по ГОСТ 4139.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску железного порошка массой 2 г (при массовой доле кремния от 0,20 до 0,50%) и 1 г (при массовой доле кремния

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

свыше 0,50%) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и проводят растворение навески и выделение кремниевой кислоты по одному из описанных ниже методов.

2.3.2. *Солянокислотный метод*

В стакан с навеской приливают 50 см³ соляной кислоты (1 : 1) и растворяют при слабом нагревании в течение 7—10 мин. Добавляют 5 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до растворения пробы. Затем к раствору приливают 20—30 см³ 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 см³, прибавляют 20 см³ 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 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха.

После охлаждения к сухому остатку приливают 10—20 см³ соляной кислоты, нагревают в течение 2—3 мин, добавляют 100—150 см³ 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 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре 1000—1100°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.3.3. *Серносолянокислотный метод*

В стакан с навеской приливают 30—50 см³ соляной кислоты (1 : 1) и нагревают до растворения пробы, затем добавляют по каплям небольшое количество азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора и выпаривают раствор досуха.

Охлажденный сухой остаток смачивают 20 см³ серной кислоты (1 : 1) и нагревают до появления белых паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 3—5 мин. Стакан снимают с плиты, охлаждают, осторожно приливают по стенкам стакана 15 см³ соляной кислоты, слегка перемешивая содержимое стакана. Спустя 1—2 мин приливают 120—130 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Далее проводят анализ, как приведено в п. 2.3.2.

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 диоксида 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 диоксида кремния на кремний;

m — масса навески железного порошка, г.

2.5. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02 включ	0,003
Св 0,02 » 0,05 »	0,005
» 0,05 » 0,10 »	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,020
» 0,20 » 0,50 »	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,040
» 1,00 » 2,00 »	0,070

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ 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 фосфора и ионов Fe (III) устраняют добавлением лимонной кислоты.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

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

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор с массовой долей 8%.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5%, приготовленный из перекристаллизованного реактива. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10%.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2%; готовят непосредственно перед употреблением.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А: навеску диоксида кремния массой 0,2139 г, предварительно прокаленную 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 см³, приливают 50 см³ воды и нагревают до полного растворения плава. Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой. Раствор в колбе охлаждают, добавляют 20 см³ раствора гидроксида натрия, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г кремния.

Устанавливают массовую концентрацию стандартного раствора кремнекислого натрия А: 100 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты (1 : 1) и выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 5—7 см³ соляной кислоты, снова выпаривают досуха и нагревают в течение 1 ч при температуре 130—140°С. Приливают 10—15 см³ соляной кислоты (1 : 1), 100 см³ горячей воды и нагревают до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на два фильтра «белая лента». Осадок промывают пять раз горячей соляной кислотой (1 : 20) и еще два 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 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля досуха. Остаток в тигле прокаливают при температуре 1000—1100°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Массовую концентрацию раствора (T), выраженную в граммах кремния на 1 см³, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса тигля с осадком диоксида 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 диоксида кремния на кремний;

V — объем стандартного раствора, взятый для анализа, см³.

Раствор Б: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г кремния.

Растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

Железо карбонильное, ос. ч.

3.3. Проведение анализа

Массу навески железного порошка 0,5 г (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,05%) или 0,2 г (при массовой доле кремния от 0,05 до 0,5%) помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20—30 см³ соляной кислоты (1 : 5), нагревают 5—7 мин, не доводя до кипения. Затем приливают 1 см³ азотной кислоты и продолжают нагревать до полного растворения навески. Приливают 20 см³ воды и кипятят 7—10 мин до полного удаления оксидов азота. Не растворившийся в кислотах остаток отфильтровывают на фильтр «белая лента».

Стакан протирают кусочком фильтра и споласкивают водой. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (1 : 200), а затем 3—4 раза небольшими порциями горячей воды. Фильтрат сохраняют (раствор 1). 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 см³ соляной кислоты (1 : 5) и нагревают до полного растворения плава. Тигель вынимают, ополаскивают водой; раствор охлаж-

дают, присоединяют к раствору 1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в коническую колбу вместимостью 100 см³, отбрасывая первые порции фильтрата, предварительно ополоснув ими колбу.

Отбирают аликвотную часть раствора 10 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 50 см³ воды и 10 см³ 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 см³ серной кислоты (4 : 5), 5 см³ раствора лимонной кислоты и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы перемешивают. Полученный раствор доливают водой до метки, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Значение оптической плотности раствора измеряют на спектрофотометре при $\lambda=810$ нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания при $\lambda=610$ нм.

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

При массовой доле кремния от 0,01 до 0,05 %.

В шесть стаканов вместимостью 200 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа. В пять из них добавляют последовательно 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует $4\cdot10^{-5}$; $8\cdot10^{-5}$; $1{,}2\cdot10^{-4}$; $1{,}6\cdot10^{-4}$; $2\cdot10^{-4}$ г кремния. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. В стаканы приливают по 30 см³ соляной кислоты (1 : 5), нагревают 2—3 мин и далее проводят анализ по п. 3.3.

При массовой доле кремния от 0,05 до 0,5 %.

В шесть стаканов вместимостью 200 см³ помещают по 0,2 г карбонильного железа. В пять из них добавляют последовательно 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного раствора А, что соответствует $2\cdot10^{-4}$; $4\cdot10^{-4}$; $6\cdot10^{-4}$; $8\cdot10^{-4}$; $1\cdot10^{-3}$ г кремния. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. В стаканы приливают по 20 см³ соляной кислоты (1 : 5) и далее проводят по п. 3.3.

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

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю кремния (X) в процентах вычисляют п формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса кремния, найденная по градуировочному графику г;

m — масса навески анализируемого образца, соответствую щая аликвотной части раствора, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов па раллельных определений не должны превышать значений, приве денных в таблице.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Академией наук УССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Клименко, канд. техн. наук; **А. Е. Кущевский,** канд. хим. наук; **В. А. Дубок,** канд. хим. наук (руководитель темы); **В. И. Корнилова,** канд. хим. наук; **В. В. Гарбуз,** канд. хим. наук; **Л. Д. Бернацкая**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.05.91 № 692

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 16412.3—80

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 3652—69	3.2
ГОСТ 3765—78	3.2
ГОСТ 4139—75	2.2
ГОСТ 4204—75	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 6563—75	2.2, 3.2
ГОСТ 9428—73	3.2
ГОСТ 10483—77	2.2
ГОСТ 28473—90	Разд 1

gost.e-ecolog.ru