УДК 669.15.293.198:546.28.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения кремния

Ferroniobium. Method for determination of silicon

ГОСТ 15933.4—90

ОКСТУ 08 09

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния в феррониобии при массовой доле его от 0,5 до 25%.

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 рассчитывают по разности между массой осадка до обработки и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,08 мм по ГОСТ 20515.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180 и раствор с массовой концентрацией 40 г/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Натрия пероксид.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Желатин по ГОСТ 23058, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 см^3, прибавляют 40—50 см^3 воды и оставляют на 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая. Затем раствор слабо нагревают и при перемешивании растворяют желатин, охлаждают, доливают водой до объема 100 см^3 и вновь перемешивают.

Раствор для промывания осадка, приготовленный из раствора соляной кислоты (1 : 50), содержащего на каждые 100 см^3 1 г щавелевой кислоты.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы, отобранную согласно табл. 1, помещают в железный или никелевый тигель, перемешивают с 5—6 г пероксида натрия и 2 г углекислого натрия.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г
От 0,5 до 5 включ.	1,0
Св. 5 » 10 »	0,5
» 10 » 20 »	0,25
» 20 » 25 »	0,2

Тигель помещают в муфельную печь, нагретую до температуры 650—700 °С, и нагревают до начала расплавления массы, затем сплавляют в течение 4—5 мин. Во избежание наплавления больших количеств никеля или железа холостые пробы в расплавленном состоянии следует выдерживать не более 1 мин. Охлажденный тигель помещают в стакан из фторпласта вместимостью 500 см^3, прибавляют 100 см^3 воды и выщелачивают плав при комнатной температуре, прикрыв стакан часовым стеклом. После выщелачивания плава тигель удаляют из стакана, затем раствор вливают в стакан вместимостью 400—500 см^3, в который предварительно налито 40 см^3 раствора серной кислоты (1 : 4). К полученному раствору прибавляют 50 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1), выпаривают до выделения паров серной кислоты и продолжают выпаривание в течение 5 мин.

Содержимое стакана охлаждают, приливают 100 см^3 раствора щавелевой кислоты, разбавляют водой до 150—200 см^3 и нагревают до полного растворения солей, избегая кипения. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок промывают 10—12 раз промывным раствором, а за-

тем 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком основной массы кремниевой кислоты сохраняют для последующей обработки.

Фильтрат и промывные воды помещают в стакан, в котором проводилось выделение кремниевой кислоты, приливают 10 см^3 азотной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 4—5 мин.

Содержимое стакана охлаждают, приливают 100 см^3 раствора щавелевой кислоты и растворяют соли при нагревании, избегая кипения. Прибавляют 5 см^3 раствора желатина, энергично перемешивают в течение 5 мин, затем прибавляют еще 5 см^3 раствора желатина и снова перемешивают в течение 5 мин. После этого раствор с осадком оставляют на 10—15 мин в теплом месте.

Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 10—12 раз промывным раствором, а затем 2—3 раза водой.

Фильтры с основным и дополнительно выделенным осадками кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, осторожно озоляют и прокаливают при температуре (1050±±50) °С в течение часа. После охлаждения тигель с осадком взвешивают. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 6—8 капель серной кислоты (1 : 1), 5—7 см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре (1050±50) °С в течение 20—30 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_1 = \frac{/(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)/ \cdot 0{,}4674}{m} \cdot 100,$$

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;

m — масса навески пробы, г;

0,4674 — коэффициент пересчета диоксида кремния на кремний.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,5 до 1,0 включ.	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
Св 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 » 10 »	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
» 10 » 20 »	0,2	0,3	0,2	0,3	0,1
» 20 » 25 »	0,4	0,5	0,4	0,5	0,2

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, В. П. Глухова, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 791

3. Срок первой проверки — I кв. 2000 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. Взамен ГОСТ 15933.4—70

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 20515—75	1 2
ГОСТ 22180—76	2
ГОСТ 23058—78	2
ГОСТ 28473—90	1 1

gost.e-ecolog.ru