УДК 669.15 295-198:543.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОТИТАН

Метод определения кремния

Ferrotitanium.
Method for determination of silicon

ГОСТ 14250.7—90

(СТ СЭВ 1235—89)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния в ферротитане при массовой доле его от 0,2 до 40 %

Метод основан на выделении из сернокислого раствора кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливании ее до диоксида кремния и удалении в виде тетрафторида кремния.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27349.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 28473.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 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, разбавляют водой до объема 100 см^3, вновь перемешивают.

Натрия пероксид.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

Смесь для сплавления: натрия пероксид и калий-натрий углекислый смешивают в соотношении 3 : 1.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески пробы, в зависимости от массовой доли кремния, выбирают по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г
От 0,2 до 2 включ.	1,0
Св. 2 » 10	0,5
» 10 » 40	0,25

3.2. При массовой доле кремния до 10% навеску помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 60 см³ раствора серной кислоты (1 : 4) и нагревают до полного растворения навески. Затем приливают небольшими порциями 5 см³ азотной кислоты и выпаривают раствор до паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин.

3.3. При массовой доле кремния свыше 10% навеску помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродистый тигель, перемешивают с 5—6 г смеси для сплавления и засыпают сверху 1—2 г этой же смеси. Вначале тигель нагревают при температуре 300—400°С до отставания содержимого от стенок, затем его помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (600±25)°С, выдерживают до расплавления массы и еще — 5 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан из фторпласта вместимостью 400—500 см³, приливают 80—100 см³ воды и выщелачивают плав без нагревания.

После выщелачивания плава тигель извлекают, притирают его стенки стеклянной палочкой с резиновым наконечником и обмывают водой. В стакан приливают соляную кислоту до растворения осадка гидроксидов.

Полученный раствор переносят в стеклянный стакан, приливают 50 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и выпаривают раствор до паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин.

3.4. Полученный одним из способов, указанных в пп. 3.2 и 3.3, раствор охлаждают, осторожно приливают 10 см³ соляной кислоты, затем 100—150 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. В горячий раствор при перемешивании приливают 10 см³ раствора желатина и выдерживают 5 мин.

Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр средней плотности с добавлением фильтробумажной массы. Осадок промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты и затем 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат переносят в стакан, повторно выпаривают до выделения паров серной кислоты, добавляют по каплям азотную кислоту до просветления раствора и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. Затем дополнительно выделяют кремниевую кислоту, как указано выше.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, высушивают, осторожно озоляют и прокаливают в течение 40 мин при температуре (1000±25)°С. После охлаждения в тигель с осадком добавляют 3—5 капель раствора серной кислоты (1 : 1), выпаривают до удаления паров серной кислоты и прокаливают при температуре (1000±25)°С в течение 40 мин.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли раствора серной кислоты (1 : 1), 5—6 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре (1000±25)°С в течение 20 мин, 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 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;

m — масса навески пробы, г.

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, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,2 до 0,5 включ.	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
Св. 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 »	0,14	0,19	0,15	0,20	0,10
» 10 » 20 »	0,2	0,3	0,2	0,3	0,16
» 20 » 40 »	0,4	0,5	0,4	0,5	0,3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3753

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1235—89**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14250.7—80**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4332—76	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 11293—78	Разд. 2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Л. А. Быкова*

Сдано в наб 14 02.91 Подп. в печ 26 04.91 2,75 усл п. л 2,75 усл кр-отт 2,41 уч изд л.
Тир. 5000 Цена 95 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер , 6. Зак. 171

gost.e-ecolog.ru