МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'781—198:546.28.06:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОБОР

Методы определения кремния

ГОСТ 14021.4—78

Ferroboron.
Methods for the determination of silicon

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический соляно-сернокислый (при массовой доле кремния от 2,0 до 20 %) и фотоколориметрический (при массовой доле кремния от 0,5 до 4,0 %) методы определения кремния в ферроборе, применяющемся для легирования сталей и сплавов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СОЛЯНО-СЕРНОКИСЛЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на переводе ферробора в растворимое состояние спеканием с содой и сплавлением с пероксидом натрия. После выщелачивания раствор нейтрализуют соляной кислотой, затем добавляют серной кислоты и выпаривают до выделения сернокислых паров.

После фильтрования, промывки, озоления и прокаливания осадок трижды обрабатывают метанолом, прокаливают и взвешивают. Кремний обрабатывают плавиковой кислотой и прокаливают.

2.2. Реактивы и растворы

Натрия пероксид.

Калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 1 %.

Метанол-яд по ГОСТ 2222.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммоний роданистый, раствор с массовой долей 20 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 0,25 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

Навеску ферробора массой 0,5 г марки ФБ-2 или ФБ-3 помещают в железный или никелевый тигель, смешивают с 5—6 г пероксида натрия, помещают в более холодную часть муфельной печи. Затем тигель продвигают в горячую часть муфельной печи и сплавляют при 800—850 °С, периоди-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

чески перемешивая плав круговым движением тигля. Когда плав станет жидким, тигель выдерживают в печи 3—4 мин.

При анализе ферробора марок ФБ-3 и ФБ-2 во избежание вспышек при сплавлении навеску массой 0,5 г помещают в железный или никелевый тигель, в котором находятся 3 г углекислого калия-натрия, содержимое тигля перемешивают, сверху покрывают 1 г углекислого калия-натрия (или содой) и спекают в муфельной печи при 750—800 °С до расплавления. Содержимое тигля охлаждают, добавляют 5—6 г пероксида натрия и сплавляют при 800—850 °С, периодически перемешивая плав круговым движением тигля. Когда плав станет жидким, тигель выдерживают в печи 3—4 мин.

Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 500—600 см^3, накрывают стакан часовым стеклом и выщелачивают плав в 100—150 см^3 дистиллированной воды. Тигель и часовое стекло обмывают горячей подкисленной водой.

Раствор нейтрализуют соляной кислотой (примерно 25—30 см^3), приливают 30 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают и выпаривают до выделения густых паров серного ангидрида в течение 3—5 мин. После охлаждения сернокислые соли растворяют при нагревании в 150—200 см^3 воды.

Кремниевую кислоту отфильтровывают через фильтр «белая лента». Осадок промывают горячей соляной кислотой, разбавленной 2:100 до отрицательной реакции промывных вод на железо (по реакции с роданистым аммонием), затем 3—4 раза горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром).

Фильтрат и промывные воды переносят в стакан, в котором вели определение. Раствор выпаривают до выделения густых паров серного ангидрида в течение 3—5 мин. Сернокислые соли растворяют в 150—200 см^3 воды при нагревании, приливают 10 см^3 раствора желатина, перемешивают, дают постоять в теплом месте 5—7 мин, фильтруют и промывают. Дополнительно выделенный осадок присоединяют к основному осадку кремниевой кислоты. Объединенные фильтры с осадками помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000 °С. Тигель с осадком охлаждают, осадок смачивают двумя каплями соляной кислоты, приливают 5 см^3 метанола и выпаривают досуха на слабо нагретой плите, закрытой асбестом. Обработку метанолом повторяют еще два раза. Высушенный осадок прокаливают при 1000—1100 °С до постоянной массы.

Тигель с осадком охлаждают и взвешивают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют пять капель серной кислоты, 5—6 см^3 фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при 1000—1100 °С до постоянной массы. Параллельно ведут контрольное определение массовой доли кремния в реактивах.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния с примесями, г;

m_2 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

m_4 — масса пустого тигля для контрольного опыта, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний;

m — масса навески, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли кремния приведены в таблице.

%

Массовая доля кремния	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и 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 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06
» 5 » 10 »	0,13	0,17	0,14	0,17	0,09
» 10 » 20 »	0,22	0,28	0,23	0,28	0,14

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты с последующим восстановлением ее смесью кислот аскорбиновой и лимонной до молибденовой сини и измерении оптической плотности при длине волны 725 нм или от 620 до 700 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 3 моль/дм^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота аскорбиновая.

Кислота лимонная.

Смесь восстановительная; готовят следующим образом: 1 г аскорбиновой и 5 г лимонной кислоты растворяют в 100 см^3 воды.

Калий-натрий углекислый безводный по ГОСТ 4332.

Натрия пероксид.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428, прокаленная.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %, свежеприготовленный.

Смесь для сплавления готовят следующим образом: две части углекислого безводного калия-натрия смешивают с одной частью борной кислоты и одной частью пероксида натрия. Хорошо перемешивают.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,05 моль/дм^3.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,215 г прокаленной двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2,5 г углекислого натрия и выщелачивают плав в растворе с массовой долей 1 % соды, затем переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки раствором с массовой долей 1 % углекислого натрия и хорошо перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г кремния.

Отбирают 100 см^3 раствора А, устанавливают массовую концентрацию гравиметрическим методом: солянокислотным, хлорнокислотным или сернокислотным с двойным выпариванием.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствором с массовой долей 1 % углекислого натрия и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г кремния.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферробора массой 0,1 г помещают в стеклоуглеродистый или железный тигель, смешивают с 2,5 г смеси для сплавления. Тигель помещают в более холодную часть муфельной печи и круговыми движениями перемешивают содержимое тигля до расплавления смеси. Затем продвигают тигель в горячую часть муфельной печи и проводят сплавление при 800—850 °С в течение 5 мин. Охлажденный тигель помещают в полиэтиленовый стакан, приливают 80 см^3 горячего раствора соляной кислоты. После растворения плава к раствору прибавляют пять капель раствора перманганата калия (для полного разложения перекиси водорода), переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3, переливают раствор в стакан, в котором вели растворение.

Аликвотную часть раствора 3—5 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 50 см^3 воды, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и через 10 мин приливают 5 см^3 свежеприготовленной восстановительной смеси, доводят до метки водой. Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (при длине волны от 620 до 700 нм) или спектрофотометре (при длине волны 725 нм). В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта. Массовую долю кремния находят по градуировочному графику.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб из шести вместимостью по 100 см^3 помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б, в шестую мерную колбу раствор

не приливают. В колбы приливают 1,5 $см^3$ раствора соляной кислоты, 50 $см^3$ воды, 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и через 10 мин приливают 5 $см^3$ раствора восстановительной смеси, доливают водой до метки. Через 40 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как указано выше. В качестве раствора сравнения применяют раствор шестой мерной колбы.

По найденным значениям оптической плотности строят градуировочный график.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И.К. Майборода, В.В. Мирошниченко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.08.78 № 2330

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2205—80

4. ВЗАМЕН ГОСТ 14021.4—68

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 2222—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 3765—78	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4332—76	2.2, 3.2
ГОСТ 9428—73	3.2
ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ 10484—78	2.2
ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 20490—75	3.2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г., мае 1989 г. (ИУС 11—81, 8—89)

Редактор *В П Огурцов*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *О В Ковш*
Компьютерная верстка *С В Рябовой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 07 04 99 Подписано в печать 19 04 99 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,57
Тираж 132 экз С 2642 Зак 895

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru