УДК 669.15'26'782—198 : 546.28.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОСИЛИКОХРОМ

Метод определения содержания кремния

Ferrosilicochrome.
Method for the determination silicon content

ГОСТ 13201.2—77

Взамен
ГОСТ 13201.2—77

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 сентября 1977 г. № 2174 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.
до 01.01.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на ферросиликохром и устанавливает гравиметрический метод определения содержания кремния (при массовой доле кремния от 10 до 55%).

Метод основан на разложении навески ферросиликохрома сплавлением с перекисью натрия и выделении кремниевой кислоты хлорной кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Отбор проб производят по ГОСТ 22167—76 со следующим дополнением: лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 20.

Кислота хлорная, 57%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

gost.e-ecolog.ru

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73.
Натрия перекись.
Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77.
Аммоний роданистый, 5%-ный раствор.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску ферросиликохрома массой 0,5 г (при массовой доле кремния до 30%) и массой 0,25 г (при массовой доле кремния свыше 30%) помещают в железный или никелевый тигель, содержащий 3 г предварительно обезвоженного на плите гидрата окиси натрия. Смачивают 8—10 каплями спирта и нагревают на плите до расплавления или спекания массы. Затем в тигель добавляют 5 г перекиси натрия и нагревают в муфельной печи при 400—450°С до начала расплавления смеси, после чего сплавление проводят при 700—750°С в течение 5—6 мин.

Охлажденный тигель помещают в стакан из пластмассы (тетрафторпласт, полиэтилен и др.) вместимостью 500 мл, прибавляют в него 100 мл воды и выщелачивают плав при комнатной температуре, накрыв стакан часовым стеклом. После растворения плава тигель удаляют из стакана и обмывают его водой.

Раствор переносят в стакан из стекла вместимостью 500—600 мл, куда предварительно налито 40 мл соляной кислоты, и нагревают до растворения гидроокиси металлов. Затем добавляют 80 мл хлорной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров хлорной кислоты и начала окисления хрома (раствор приобретает оранжевую окраску).

В таком состоянии раствор нагревают еще 10—15 мин и охлаждают. К раствору приливают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают в течение 2—3 мин, приливают 200 мл горячей воды, хорошо перемешивают и дают осадку отстояться в течение 10 мин.

Осадок кремневой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают теплым раствором соляной кислоты, разбавленной 1 : 20, до отсутствия ионов железа в промывных водах (проба с роданистым аммонием) и под конец 2—3 раза водой.

Фильтрат и промывные воды переносят в стакан, в котором производилось выделение кремневой кислоты, добавляют 20 мл хлорной кислоты и производят вторичное выделение кремневой кислоты, как указано выше.

Фильтры с осадками кремневой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают 40 мин при 1030±20°С. После охлаждения в тигель добавляют 1 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают на плите досуха, а затем прокаливают тигли при 1030±20°С до постоянной массы тиг-

ля, охлаждают и взвешивают. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, добавляют 4—5 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—6 мл фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при 1030±20°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

Масса чистой двуокиси кремния соответствует разности между первым и вторым взвешиванием.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_1 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 — масса тигля с остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_4 — масса навески, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

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

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 10 до 20	0,3
Св. 20 „ 30	0,4
„ 30 „ 60	0,5

Изменение № 1 ГОСТ 13201.2—77 Ферросиликохром. Метод определения содержания кремния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 07.12.87 № 4401

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения и слова: мл на $см^3$, л на $дм^3$, «содержание» на «массовая доля».

Вводная часть. Заменить значения: 10; 50 на 5,0; 60,0.

Пункт 1.2. Заменить ссылки: ГОСТ 22167—76 на ГОСТ 24991—81, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Раздел 2. Заменить слова и ссылки: «Натрия перекись» на «Натрия пероксид»; «гидрат окиси» на «гидроокись»; «5%-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 $г/дм^3$»; ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77; ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78; ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Раздел 3. Заменить значение: 1030±20 °С на 1000—1050 °С (3 раза).

Пункт 4.1. Формулу изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 58)

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

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице.

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 5,0 до 10,0 включ.	0,2
Св. 10,0 » 20,0 »	0,3
» 20,0 » 30,0 »	0,4
» 30,0 » 60,0 »	0,5

(ИУС № 2 1988 г.)

gost.e-ecolog.ru