УДК 669.26:546.28.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13020.5—85

(СТ СЭВ 4505—84)

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения кремния

Metallic chrome.
Methods for determination of silicon

Взамен
ГОСТ 13020.5—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1410 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле кремния от 0,1 до 0,4%) и гравиметрический хлорно-кислотный (при массовой доле кремния от 0,4 до 1,0%) методы определения кремния в металлическом хроме.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4505—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты в солянокислом растворе, восстановлении этого соединения аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 630 до 900 нм.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 4:5.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, 8 %-ный раствор. Хранят в посуде из полиэтилена.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный раствор; готовят перед применением

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5 %-ный раствор, свежеприготовленный. Хранят в посуде из полиэтилена.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

2.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты (1:3) и нагревают в течение 3—5 мин, не допуская кипения раствора. Приливают 2—3 капли азотной кислоты и продолжают нагревание до полного растворения навески, затем приливают 20 см^3 воды. Раствор фильтруют через быстрофильтрующий фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и промывают остаток на фильтре 3—4 раза небольшими порциями горячей воды. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Остаток прокаливают при 800—900 °С, а затем сплавляют с 0,5 г углекислого натрия при 950 °С в течение 20—30 мин.

Тигель охлаждают и помещают в стакан вместимостью 100 см^3. В тигель осторожно приливают 3 см^3 раствора соляной кислоты (1:3) и плав выщелачивают при слабом нагревании.

Полученный раствор присоединяют к основному фильтрату и доливают до метки водой.

В две мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают по 20 см^3 анализируемого раствора, по 40—50 см^3 воды и в одну из них добавляют 10 см^3 раствора молибденовокислого аммония.

Раствор, в который не добавляли молибденовокислый аммоний, используют в качестве раствора сравнения. Возможное появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о pH 1,3—1,5, необходимом для образования кремнемолибденовокислого комплекса.

Через 15 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония при постоянном перемешивании в обе колбы приливают по 5 см^3 серной кислоты (4:5), по 5 см^3 раствора щавелевой кислоты и по 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Затем раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 30 мин на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 630 до 900 нм.

Массу кремния находят методом сравнения со стандартными образцами металлического хрома, близкими по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенными через все стадии анализа.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot (D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля кремния в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,20 включ.	0,025
Св. 0,20 » 0,50 »	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,06

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из хлорнокислого раствора пробы путем выпаривания его до выделения обильных паров хлорной кислоты и последующем определении взвешиванием разницы между массой осадка до обработки фтористоводородной кислотой и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная, 42 или 57 %-ный раствор.

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 2,0 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 30—40 см^3 соляной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения навески раствор окисля-

ют азотной кислотой, приливают 40 см³ хлорной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и выпаривают раствор до появления паров хлорной кислоты, которым дают выделяться в течение 15—20 мин. После этого стакан снимают с плиты, охлаждают, обмывают его стенки небольшим количеством воды и раствор снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты, которым дают выделяться в течение 10—15 мин.

Содержимое стакана охлаждают, приливают при перемешивании 50 см³ холодной воды, 10 см³ соляной кислоты, а затем 150 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. После этого осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают его 12—15 раз теплым раствором соляной кислоты и 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат выпаривают до объема примерно 50 см³, прибавляют 15 см³ хлорной кислоты и выпаривают до выделения ее обильных паров. Раствор охлаждают, приливают 150 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, отфильтровывают осадок кремниевой кислоты и промывают, как указано выше.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, осторожно озоляют и прокаливают в течение 40 мин при температуре 1000—1100 °С. После охлаждения в тигель с осадком добавляют три капли разбавленной серной кислоты, сушат и прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 1 ч. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе, взвешивают, осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли разбавленной серной кислоты, 5—6 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

3.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_3 — масса тигля с осадком двуокиси кремния в контрольном опыте до обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_4 — масса тигля с остатком в контрольном опыте после обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m — масса навески, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

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

gost.e-ecolog.ru