



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Е С Т А Н Д А Р Т Ы
С О Ю З А С С Р

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 13230.1-81—ГОСТ 13230.9-81
(СТ СЭВ 2192-80—СТ СЭВ 2197-80)

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Е С Т А Н Д А Р Т Ы
С О Ю З А С С Р

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

**ГОСТ 13230.1-81 – ГОСТ 13230.9-81
(СТ СЭВ 2192-80 – СТ СЭВ 2197-80)**

Издание официальное

МОСКВА — 1981

РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. Г. Мизин, В. Л. Зуева, П. Ф. Агафонов, Е. М. Познякова

ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии А. А. Кугушин

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028

ГОСТ

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Методы определения кремния

Ferrosilicon. Methods for the determination of silicon

13230.1—81

[СТ СЭВ 2192—80]

Взамен
ГОСТ 13230.1—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028 срок действия установлен

с 01.01 1983 г.
до 01.01 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения кремния в ферросилиции: гравиметрический солянокислотный (при массовой доле кремния от 14 до 95%) и титриметрический алкалиметрический (при массовой доле кремния от 14 до 65%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2192—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 20016—74 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. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СОЛЯНОКИСЛОТНЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на разложении ферросилиция сплавлением с перекисью натрия и коагуляции кремниевой кислоты в присутствии желатина из солянокислого раствора при температуре не выше 60°C. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают, прокаливают, взвешивают, обрабатывают смесью плавиковой и серной кислот, снова прокаливают до постоянной массы и взвешивают.

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

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:8 и 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрия перекись.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор с массовой концентрацией железа 10 мг/см³ раствора.

Желатин по ГОСТ 11293—78, 1%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:500.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферросилиция 0,50 г (при массовой доле кремния от 14 до 30%), 0,25 г (при массовой доле кремния выше 30 до 75%) или 0,10 г (при массовой доле кремния выше 75%) помещают в железный или никелевый тигель, тщательно перемешивают с 5 г перекиси натрия и засыпают сверху 1 г перекиси натрия. Тигель помещают в муфельную печь, нагретую до 400°C, и нагревают до спекания массы, а затем сплавляют при 750—800°C в течение 4—5 мин после расплавления смеси и получения легко-подвижной массы. Охлажденный тигель помещают в стакан из пластмассы вместимостью 500 см³, прибавляют в него 150—200 см³ воды и выщелачивают плав при комнатной температуре, прикрыв стакан часовым стеклом. После растворения плава тигель удаляют из стакана и обмывают водой, а затем 2—3 раза соляной кислотой (1:1), и вновь 3—4 раза горячей водой. Раствор вливают в стакан вместимостью 600 см³, в который предварительно налито 40 см³ соляной кислоты. Выпаривают раствор до состояния влажных солей. После охлаждения прибавляют при энергичном перемешивании 15—20 см³ соляной кислоты, 2 см³ раствора желатина, перемешивают, через 1—2 мин прибавляют еще 2 см³ раствора желатина, снова перемешивают и оставляют на 10—15 мин. Полученный раствор разбавляют водой, нагретой до 50—60°C, до объема 70—80 см³, перемешивают и дают осадку отстояться. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, промывают 10—12 раз теплым раствором соляной кислоты (1:50), а затем 5—6 раз горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют. Фильтрат проверяют на полноту выделения кремниевой кислоты, предварительно разрушая органические вещества. Для этой цели к фильтрату, нагретому до кипения, прибавляют 10—15 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха; выпаривание

с соляной кислотой повторяют дважды. Дальнейшие операции — выпаривание до состояния влажных солей, выделение кремниевой кислоты с желатином, фильтрование и промывание осадка проводят как описано выше.

2.3.2. Фильтрат и промывные воды после вторичного выделения кремниевой кислоты помещают в тот же стакан, в котором проводилось выпаривание, приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают раствор до 100 см³.

К горячему раствору приливают 10 см³ хлорного железа и осаждают железо (совместно с кремниевой кислотой) аммиаком, приливая последний до появления запаха.

Осадок отфильтровывают на быстрофильтрующий фильтр и промывают его 3—4 раза горячим раствором аммиака (1 : 500).

Осадок гидроокисей металлов смывают водой из промывалки в стакан, в котором проводилось осаждение железа, приливают 20 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин. Содержимое стакана охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, 50 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей.

К горячему раствору 60—70°C приливают 5 см³ раствора желатина и хорошо перемешивают. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на среднефильтрующий фильтр и промывают 8—10 раз горячим раствором соляной кислоты (1 : 50) и 3—4 раза горячей водой.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают 40 мин при температуре 1000—1050°C. После охлаждения в тигель с осадком добавляют три капли разбавленной серной кислоты, сушат и прокаливают при 1000—1050°C до постоянной массы осадка. Тигель с осадком взвешивают, осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли разбавленной серной кислоты, 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре 1000—1050°C до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

Масса чистой двуокиси кремния соответствует разности первого и второго взвешивания.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 двуокиси кремния 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.

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

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 14 до 25	0,3
Св. 25 : 50	0,5
: 50 : 80	0,6
: 80 : 95	0,8

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АЛКАЛИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении кремниевой кислоты в виде труднорастворимого кремнефторида калия. Осадок кремнефторида калия подвергают гидролизу горячей водой в присутствии хлористого кальция. Выделенную при этом хлористоводородную кислоту в количестве, эквивалентном содержанию фтористоводородной кислоты, оттитровывают раствором щелочи в присутствии смешанного индикатора.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, 20%-ный раствор и нейтрализованный 10%-ный раствор. Последний готовят следующим образом: к 1 дм³ 10%-ного раствора хлористого калия добавляют 10 капель смешанного индикатора, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до появления зеленого цвета.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, 40%-ный раствор. Раствор нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по индикатору, метиловому красному.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 1%-ный раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51 и спиртовой 0,1%-ный раствор.

Метиленовый голубой.

Индикатор смешанный: 0,125 г метиленового красного и 0,083 г метиленового голубого растворяют в 100 см³ этилового спирта; применяют через сутки после приготовления.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,25 моль/дм³: 10 г гидроокиси натрия растворяют в 1 дм³ воды, добавляют 2 см³ раствора хлористого бария и дают стоять раствору в течение 3 сут до полного отстаивания осадка. Осадок отфильтровывают.

Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия (C), выраженную в г/см³ кремния, устанавливают по стандартным образцам ферросилиция, близким по составу и проведенным через все стадии анализа, как указано в п. 3.3 и вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1 \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где C_1 — массовая доля кремния в стандартном образце, %;

m — масса навески, г;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферросилиция 0,2 г (при массовой доле кремния до 20%) или 0,1 г (при массовой доле кремния выше 20%) помещают в пластмассовый стакан (тетрафторпластовый, полиэтиленовый и др.), приливают 25 см³ азотной кислоты, перемешивают, затем добавляют 10 см³ плавиковой кислоты, закрывают стакан пластмассовой крышкой и перемешивают в течение 1—2 мин. Раствор не следует нагревать.

При анализе низкокремнистых сплавов наблюдается легкий осадок черного цвета.

Крышку стакана снимают, удаляют окислы азота выдуванием резиновой грушей, обмывают крышку и стакан примерно 10 см³ воды, добавляют 40 см³ 20%-ного раствора хлористого калия, перемешивают и ставят раствор охлаждаться в проточную воду или холодильник до температуры от 10 до 15°C.

Выпавший осадок кремнефторида калия фильтруют под вакуумом при помощи водоструйного насоса через воронку из пластины, в которой находится фильтробумажная масса.

Стакан и осадок промывают охлажденным нейтрализованным раствором хлористого калия. Промывание ведется до появления зеленой окраски промывных вод.

По окончании промывания фильтробумажную массу с осадком переносят в широкогорлую колбу или высокий стакан вместе

мостью 500 см³ и приливают 150—200 см³ кипящей дистиллированной воды, которую предварительно нейтрализуют по смешанному индикатору раствором гидроокиси натрия до слабо-зеленого цвета. Стакан, в котором проводилось осаждение кремния, также обмывают горячей водой.

Содержимое колбы (стакана) тщательно перемешивают, добавляют 10 см³ раствора хлористого кальция, 10 капель смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия до устойчивой зеленой окраски раствора. Затем стакан ставят на плиту, покрытую асбестом, и дополнительно нагревают. Если появится малиновый цвет раствор снова титруют раствором гидроокиси натрия до зеленого цвета.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C(V - V_1)}{m} \cdot 100,$$

где C — массовая концентрация раствора гидроокиси натрия по кремнию, г/см³;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

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

Группа В19

**Изменение № 1 ГОСТ 13230.1—81 Ферросилиций. Методы определения кремния
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
СССР по стандартам от 19.02.87 № 279**

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 20016—74 на ГОСТ 24991—81.

Пункт 2.2. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³».

Пункт 2.3.2. Шестой абзац после слов «в платиновый тигель» дополнить словами: «или тигель из стеклоуглерода».

Пункт 2.4.1. Формулу изложить в новой редакции:

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

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(Продолжение см. с. 46)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13230.1—81)

Пункт 3.1. Заменить слова: «кремниевой кислоты» на «кремния».

Пункт 3.2. Исключить слова: «по ГОСТ 5853—51»;

заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³», «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³» (2 раза), «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³», «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³», «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³».

Пункт 3.4.2. изложить в новой редакции: «3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в п. 2.4.2».

(ИУС № 5 1987 г.)