

В. МЕТАЛЛЫ И МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа В19

Изменение № 1 ГОСТ 16591.4—87 Силикомарганец. Методы определения кремния

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

Дата введения 1995—07—01

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение: (СТ СЭВ 5503—86) на (ИСО 4158—78).

Вводная часть. Заменить значение: 10 на 8;

дополнить абзацем: «Допускается проводить определение кремния по методике международного стандарта ИСО 4158—78, которая приведена в приложении».

(Продолжение см. с. 26)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ 16591.4—87)

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 28473—90.

Пункт 2.2 дополнить абзацами:

«Калий азотистокислый по ГОСТ 4140, раствор 100 г/дм³

или

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 100 г/дм³».

Пункт 2.3. Восьмой, десятый абзацы. Первые предложения изложить в новой редакции: «После охлаждения добавляют 20 см³ соляной кислоты, несколько капель раствора азотистокислого калия или азотистокислого натрия и нагревают. Затем добавляют 250 см³ горячей воды и нагревают до полного растворения солей».

Пункт 2.4.2 и таблицу изложить в новой редакции: «Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в таблице».

(Продолжение см. с. 27)

Массовая доля кремния, %	Погрешность результатов анализа Δ , %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, полученных в различных условиях d_1	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения d
От 8 до 10 включ.	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11
Св. 10 > 20 >	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
> 20 > 30 >	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в таблице».

Стандарт дополнить приложением:

«ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ИСО 4158—78 «Ферросилиций, ферросиликомарганец и ферросиликохром.
Определение содержания кремния. Весовой метод».

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает весовой метод определения содержания кремния в ферросилиции, ферросиликомарганце и ферросиликохроме.

Метод применим к ферросплавам, содержащим кремний от 8 до 95 % по массе.

2. Ссылки

ГОСТ 17260—87 Ферросплавы, хром и марганец металлические. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа.

3. Сущность метода

Окисление кремния, содержащегося в навеске, до силиката сплавлением с перекисью натрия с последующим кислотным выделением.

Двойная дегидратация кремниевой кислоты путем выпаривания раствора с хлорной кислотой и взвешивание двуокиси кремния, содержащей примеси.

Двойная фтористоводородная-серноокислая возгонка тетрафторида кремния, взвешивание остатка и определение содержания чистого кремния.

4. Реактивы

В ходе анализа используют только реактивы признанного аналитического качества, дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Перекись натрия.

(Продолжение см. с. 28)

- 4.2. Углекислый натрий (безводный).
- 4.3. Аммиачная вода, $\rho=0,91$ г/см³.
- 4.4. Хлорная кислота, $\rho=1,61$ г/см^{3*}.
- 4.5. Фтористоводородная кислота, $\rho=1,14$ г/см³.
- 4.6. Соляная кислота, $\rho=1,19$ г/см³.
- 4.7. Серная кислота, $\rho=1,83$ г/см³.
- 4.8. Соляная кислота, $\rho=1,19$ г/см³, разбавленная 1:9.
- 4.9. Серная кислота, $\rho=1,83$ г/см³, разбавленная 1:1.
- 4.10. Азотнокислое серебро, раствор 10 г/дм³.

5. Оборудование

- 5.1. Тигель вместимостью 40 см³ из железа, не содержащего кремний, стеклографит, никель или цирконий.
- 5.2. Химические стаканы для растворения плава, оставшегося после плавления, из тефлона, нержавеющей стали или никеля высокой чистоты.
- 5.3. Платиновая чашка вместимостью 40 см³.
- 5.4. Воронка калиброванная стеклянная диаметром 75 мм.
- 5.5. Стеклянный стакан вместимостью 600 или 800 см³.
- 5.6. Муфельная печь.
- 5.7. Эксикатор.

6. Проба

Используют порошок, проходящий сквозь сито с размером отверстий 160 мкм, подготовленный в соответствии с ГОСТ 17260.

7. Проведение анализа

7.1. Навеска

Для определения содержания кремния менее или равного 50 % по массе берут навеску $(0,50 \pm 0,0002)$ г.

Примечание. Для определения содержания кремния менее 25 % по массе можно использовать навеску массой 1 г.

Для определения содержания кремния более 50 % по массе берут навеску $(0,25 \pm 0,0002)$ г.

7.2. Контрольный опыт на загрязнение реактивов

Контрольный опыт проводят параллельно определению содержания кремния, следуя тому же ходу анализа и используя те же количества всех реактивов.

7.3. Определение

7.3.1. Навеску (п. 7.1) помещают в тигель (п. 5.1), содержащий 10—12 г перекиси натрия (п. 4.1). Тщательно перемешивают и во избежание потерь навески покрывают 3 г перекиси натрия (п. 4.1) или 3 г углекислого натрия (п. 4.2).

Сначала нагревают тигель, содержащий навеску и флюс, на электрической нагревательной плите до температуры 350—400 °С до почернения осадка на дне тигля. Держат тигель в зажиме, вращая его над пламенем горелки сначала осторожно, чтобы не допустить разбрызгивания, затем сильнее до полного плавления. Продукт плавления выдерживают в раскаленном состоянии в течение 5 мин. Дают тиглю остыть.

* Необходимо соблюдать осторожность во время нагревания до выделения паров хлорной кислоты.

(Продолжение см. с. 29)

7.3.2. После плавления в тигле плав растворяют способом, описанным в пп. 7.3.2.1 и 7.3.2.2.

7.3.2.1. Способ I

Тигель помещают в химический стакан (п. 5.2), содержащий 200 см³ воды, и закрывают часовым стеклом. Когда бурное выделение газа закончится, вынимают тигель и промывают горячей водой, собирая промывные воды в этот же стакан. Щелочной раствор переливают в стеклянный стакан (п. 5.5), в котором находится 30 см³ соляной кислоты (п. 4.6). Затем перемешивают до получения однородного раствора. Когда соли растворятся, добавляют 100 см³ хлорной кислоты (п. 4.4).

Далее действуют в соответствии с п. 7.3.3.

7.3.2.2. Способ II

Тигель закрывают и стучат им о твердую поверхность, чтобы отделить плав, перекалдывают плав в стеклянный стакан (п. 5.5), в котором находятся 100 см³ хлорной кислоты (п. 4.4), наполняют тигель горячей водой и, когда разложение закончится, содержимое тигля переносят в стакан с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником и минимального количества воды, затем добавляют 30 см³ соляной кислоты (п. 4.6).

Далее действуют в соответствии с п. 7.3.3.

7.3.3. Стакан помещают на плиту сильного нагрева до выделения белых хлорных паров и продолжают нагревать до тех пор, пока дымящийся осадок не начнет кристаллизоваться и не станет вязким, затем снимают с нагревательной плиты и охлаждают. После этого воздействуют 20 см³ соляной кислоты (п. 4.6), осторожно наливая ее по краям стакана, и несколькими миллилитрами горячей воды, размешивают и доливают 250 см³ кипящей воды, хорошо перемешивают и дают отстояться.

Двуокись кремния фильтруют на беззолный бумажный фильтр диаметром 125 см, помещенный в калиброванную стеклянную воронку (п. 5.4). Фильтрат сохраняют. Химический стакан промывают теплой водой с помощью палочки с резиновым наконечником. Фильтр промывают теплым раствором соляной кислоты (п. 4.8) до исчезновения желтой окраски, которую дают соли железа, затем несколько раз горячей водой до исчезновения ионов хлористых соединений и проверяют на пробном опыте с раствором азотнокислого серебра (п. 4.10). Фильтр должен быть хорошо промыт чтобы исключить любые следы хлорной кислоты, которые могут вызвать воспламенение в процессе озонения. Фильтрат и промывные воды переливают в стакан, в котором проводилось первое выделение, выпаривают до объема приблизительно 250 см³, приливают 20 см³ хлорной кислоты (п. 4.4) и проводят повторное выпаривание в соответствии с п. 7.3.3. Затем приливают кислоту, фильтруют, используя новый бумажный фильтр, и промывают осадок, как указано выше, но последнее промывание делают холодной водой вместо горячей.

7.3.4. Оба фильтра с осадками двуокиси кремния помещают в платиновую чашку (п. 5.3), приливают четыре капли аммиачной воды (п. 4.3) на фильтры*, озонуют в муфельной печи сначала при температуре не выше 400 °С, охлаждают, приливают 1 см³ серной кислоты (п. 4.9) и выпаривают досуха до полного прекращения выделения серных паров. Затем прокалывают в муфельной печи при 1100 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают чашку, содержащую двуокись кремния с примесями.

7.3.5. Двуокись кремния с примесями смачивают несколькими каплями воды, приливают приблизительно 10 см³ фтористоводородной кислоты (п. 4.5) и

* Это уменьшает возможность потерь двуокиси кремния вне тигля с летучими перхлоратами.

3—3 капли серной кислоты (п. 4.7), вываривают досуха до полного прекращения выделения серных паров. Затем проводят вторую возгонку в условиях, описанных выше, но сократив количество фтористоводородной кислоты до 2 см³. Прокаливают в муфельной печи (п. 5.6) при 1100 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают чашку, содержащую примеси.

8. Обработка результатов

Содержание кремния, выраженное в процентах массы пробы, определяют по формуле

$$[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,4674 \cdot \frac{100}{m_0} = \frac{46,74[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m_0}$$

где m_0 — масса навески (п. 7.1), г;

m_1 — масса чашки и двуокиси кремния с примесями, полученная при определении содержания кремния (п. 7.2.5), г;

m_2 — масса чашки и примесей, полученная при определении содержания кремния (п. 7.3.5), г;

m_3 — масса чашки и двуокиси кремния с примесями, полученная при контрольном опыте, г;

m_4 — масса чашки и примесей, полученная при контрольном опыте, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

9. Воспроизводимость

Практика показала, что доверительными пределами в 95 % для одного оператора являются:

±0,30 для содержания кремния более 50 % по массе;

±0,20 для содержания кремния менее 50 % по массе.

10. Отчет об анализе

В отчете указывают:

а) использованный метод;

б) результаты и форму их выражения;

в) все особенности, выявившиеся в ходе анализа;

г) все операции, не предусмотренные настоящим международным стандартом или рассматриваемые как произвольные».

(ИУС № 4 1995 г.)