



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

---

## СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 14858.4—91, ГОСТ 14858.6—91

ГОСТ 14858.7—91

Б3 7—91/812

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР  
Москва

## СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

Метод определения кремния

ГОСТ

Silicocalcium.  
Method for the determination of silicon

14858.4—91

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния при его массовой доле от 30 до 75 %.

Метод основан на сплавлении пробы с карбонатом калия — натрия или гидроксидом калия, выделении кремния в присутствии раствора желатина и гравиметрическом определении массовой доли кремния после обработки фтористоводородной кислотой.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.
- 1.2. Лабораторная пробы должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

## 2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:3 и 1:49.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1:500.

Железо треххлористое 6-водное, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> по ГОСТ 4147.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 40—50 см<sup>3</sup> воды и оставляют на 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая. Затем раствор слабо наг

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991  
Настоящие стандарты не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Госстандарта ССР

ревают и при перемешивании растворяют желатин, охлаждают, разбавляют водой до объема 100 см<sup>3</sup> и вновь перемешивают.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы массой 0,25 г помещают в стеклоуглеродистый тигель, содержащий 3 г гидроксида калия, покрывают навеску 2 г гидроксида калия и приливают 1 см<sup>3</sup> этилового спирта. Тигель нагревают на плите до расплавления содержимого и образования корки. Затем помещают тигель в муфель, нагретый до температуры 380—400 °С, и выдерживают при этой температуре 10—15 мин.

Или: навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновый тигель, содержащий 7 г карбоната калия-натрия, тщательно перемешивают, насыпают 1 г карбоната калия-натрия и нагревают в течение 5 мин при температуре 500—550 °С. Затем повышают температуру до 1000 °С и продолжают сплавление в течение 20 мин.

Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:3, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения плава. Тигель вынимают, обмывают водой и удаляют. К полученному раствору добавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, выпаривают досуха и высушивают в течение 30—40 мин при температуре около 130 °С. Остаток охлаждают, добавляют 15—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до полного растворения солей. Затем при перемешивании добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора желатина, оставляют на 10—15 мин, добавляют 70—80 см<sup>3</sup> горячей воды, перемешивают и вновь оставляют для коагуляции осадка. Осадок фильтруют на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой, промывают 10—12 раз горячим раствором соляной кислоты 1:49, а затем 5—6 раз горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют (осадок 1).

К фильтрату добавляют 10—15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, выпаривают досуха и высушивают в течение 30—40 мин при температуре около 130 °С. Остаток охлаждают, добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и раствор выпаривают досуха. Остаток растворяют в 15—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до полного растворения солей, перемешивая добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора желатина, оставляют на 10—15 мин, добавляют 70—80 см<sup>3</sup> горячей воды, перемешивают и оставляют для коагуляции осадка. Осадок фильтруют и промывают вышеуказанным способом. Фильтр с осадком сохраняют (осадок 2).

Для выделения остатка кремниевой кислоты к фильтрату добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, выпаривают раствор до объема около 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора треххлористого железа, а затем аммиак до выделения осадка гидроксидов железа (рН раствора около 6). Осадок фильтруют на фильтр средней плот-

ности и промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака. Осадок с фильтра смывают водой в стакан, в котором проводилось осаждение гидроксидов, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, выпаривают до густых паров серной кислоты и выдерживают в этом состоянии около 5 мин. После охлаждения добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 50 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до полного растворения солей. К горячему раствору добавляют, перемешивая, 4 см<sup>3</sup> раствора желатина и выделенную кремниевую кислоту фильтруют и промывают вышеуказанным способом. Фильтр с осадком сохраняют (осадок 3).

Фильтры с осадками 1, 2, 3 помещают в платиновый тигель, сушат, озолят и прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 40 мин. После охлаждения увлажняют осадок несколькими каплями серной кислоты, осторожно выпаривают до полного удаления серной кислоты и вновь прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 40 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

Затем содержимое тигля увлажняют 3—4 каплями раствора серной кислоты, добавляют 7—10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до полного удаления паров серной кислоты. Сухой остаток прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 20 мин и после охлаждения в эксикаторе снова взвешивают.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $m_1$  — масса тигля с осадком диоксида кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

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

$m_3$  — масса тигля с осадком контрольного опыта до обработки фтористоводородной кислотой, г;

$m_4$  — масса тигля с остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

0,4674 — коэффициент пересчета диоксида кремния на кремний;

$m$  — масса навески пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в таблице.

С. 4 ГОСТ 14858.4—91

Массовая доля кремния, %	Погреш- ность результатов анализа $\Delta$ , %	Допускаемые расхождения, %			
		двоих средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_K$	* двух параллель- ных опреде- лений $d_2$	трех параллель- ных определе- ний $d_3$	результатов анализа стандартного образца от аттесто- вания $\delta$
От 30 до 50 включ.	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3
Св. 50 » 75 »	0,7	0,8	0,7	0,8	0,4

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством metallurgии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, Л. М. Клейнер, В. П. Глухова, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 02.10.91 № 1578

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14858.4—81

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4147—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4332—76	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 11293—78	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1