

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.

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°C до начала расплавления смеси, после чего сплавление проводят при 700—750°C 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 $1030 \pm 20^\circ\text{C}$. После охлаждения в тигель добавляют 1 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают на плите досуха, а затем прокаливают тигли при $1030 \pm 20^\circ\text{C}$ 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 $1030 \pm 20^\circ\text{C}$ 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 см³, л на дм³, «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/дм³»; 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.)