

Комитет/комиссии ЖЗ



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 14858.4—91, ГОСТ 14858.6—91

ГОСТ 14858.7—91



30 р. 20 к. БЗ 7—91/812

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

Метод определения кремния

ГОСТSilicocalcium.
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 проба 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 гидроксид 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/дм³ по ГОСТ 4147.
Желатин по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм³, свежеприготовленный: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 40—50 см³ 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 СССР

351-95
4

ревают и при перемешивании растворяют желатин, охлаждают, разбавляют водой до объема 100 см³ 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 см³ 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 см³, добавляют 100 см³ 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 см³ соляной кислоты, выпаривают досуха и высушивают в течение 30—40 мин при температуре около 130 °С. Остаток охлаждают, добавляют 15—20 см³ соляной кислоты и нагревают до полного растворения солей. Затем при перемешивании добавляют 4 см³ раствора желатина, оставляют на 10—15 мин, добавляют 70—80 см³ 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 см³ азотной кислоты, выпаривают досуха и высушивают в течение 30—40 мин при температуре около 130 °С. Остаток охлаждают, добавляют 10 см³ соляной кислоты и раствор выпаривают досуха. Остаток растворяют в 15—20 см³ соляной кислоты и нагревают до полного растворения солей, перемешивая добавляют 4 см³ раствора желатина, оставляют на 10—15 мин, добавляют 70—80 см³ 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 см³ азотной кислоты, выпаривают раствор до объема около 100 см³, добавляют 10 см³ 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 см³ раствора серной кислоты, выпаривают до густых паров серной кислоты и выдерживают в этом состоянии около 5 мин. После охлаждения добавляют 10 см³ соляной кислоты, 50 см³ горячей воды и нагревают до полного растворения солей. К горячему раствору добавляют, перемешивая, 4 см³ 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, озоляют 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 см³ 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, %	Погрешность результатов анализа Δ , %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_k	4 \times двух параллельных определений d_1	трех параллельных определений d_2	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
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 металлургии 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