

ГОСТ 21876.4—76

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОМАРГАНЕЦ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Издание официальное

БЗ 7—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОМАРГАНЕЦ

Методы определения кремния

Ferromanganese.
Methods for the determination of siliconГОСТ
21876.4—76

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает методы определения кремния в ферромарганце: фотометрический — при массовой доле кремния от 0,1 до 4,0 %; гравиметрический — при массовой доле кремния от 0,5 до 10,0 %.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.
1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 24991 со следующим дополнением.
1.2.1. Проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613.

А. Гравиметрический метод

СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на растворении навески ферромарганца в смеси азотной и серной кислот, выделении кремниевой кислоты из сернокислого раствора путем выпаривания до появления паров серной кислоты с последующим определением разницы между массой осадка до обработки фтористоводородной кислотой и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.
(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:98.
Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Печь муфельная любого типа с температурой нагрева до 1100 °С.
Смесь азотной и серной кислот; готовят следующим образом: к 660 см³ воды приливают 160 см³ серной кислоты. После охлаждения раствора добавляют 180 см³ азотной кислоты и перемешивают.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферромарганца массой 1 г (при массовой доле кремния до 2 %) и 0,5 г (при массовой доле кремния свыше 2 %) помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 50 см³ смеси азотной и серной кислот. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, которым дают выделиться 3—4 мин.

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 2000

После охлаждения соли растворяют в 100 см³ воды. К раствору приливают 5 см³ соляной кислоты и нагревают раствор до полного растворения солей. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы.

Осадок на фильтре промывают вначале 5—7 раз теплой соляной кислотой, разбавленной 2:98, затем 8—10 раз теплой водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат проверяют на полноту выделенной кремниевой кислоты. Для этого в раствор приливают 5 см³ серной кислоты и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, отфильтровывают возможно выделившийся осадок кремниевой кислоты и промывают, как указано выше.

Фильтры с осадками кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, осторожно озоляют и прокаливают 40 мин при 1000±20 °С. После охлаждения в тигель с осадком добавляют четыре капли серной кислоты, разбавленной 1:1, сушат и прокаливают при 1000±20 °С до постоянной массы осадка.

Охлажденный тигель с осадком взвешивают, добавляют 3—5 капель воды, 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, 3—4 см³ фтористоводородной кислоты и содержимое тигля осторожно выпаривают до полного удаления серной кислоты. Сухой остаток прокаливают 15—20 мин при 1000±20 °С до постоянной массы остатка, охлаждают и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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 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.

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

| Массовая доля кремния, % | Нормы точности и нормативы контроля точности, % | | | | |
|--------------------------|---|---|---|---|--|
| | Погрешность результатов анализа Δ | Расхождение результатов двух анализов d_x | Расхождение двух параллельных определений d_2 | Расхождение трех параллельных определений d_3 | Расхождение результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ |
| От 0,1 до 0,2 включ. | 0,018 | 0,022 | 0,018 | 0,022 | 0,012 |
| Св. 0,2 » 0,5 » | 0,03 | 0,04 | 0,03 | 0,04 | 0,02 |
| » 0,5 » 1,0 » | 0,04 | 0,05 | 0,04 | 0,05 | 0,03 |
| » 1,0 » 2,0 » | 0,06 | 0,07 | 0,06 | 0,07 | 0,04 |
| » 2,0 » 5,0 » | 0,09 | 0,11 | 0,09 | 0,11 | 0,06 |
| » 5,0 » 10,0 » | 0,15 | 0,20 | 0,15 | 0,20 | 0,10 |

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Б. Фотометрический метод

5. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на разложении навески и образовании желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты (при рН 1,60—1,65) с последующим восстановлением ее смесью аскорбиновой и лимонной кислот до молибденовой сини и измерении оптической плотности раствора на

спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Печь муфельная любого типа с температурой нагрева до 1100 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 3 моль/дм³.

Кислота аскорбиновая.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Смесь восстановительная свежеприготовленная: 1 г аскорбиновой кислоты и 5 г лимонной кислоты растворяют в 100 см³ воды.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 0,2 %.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 и раствор с массовой долей 1 %.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 30 %.

Смесь для сплавления: калий-натрий углекислый смешивают с борной кислотой в соотношении 2:1.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния:

Раствор А: 0,215 г двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2,5 г углекислого натрия при температуре 1000—1100 °С. Плав выщелачивают в растворе углекислого натрия, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки раствором углекислого натрия и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Массовая концентрация кремния в растворе А равна 0,0001 г/см³.

Массовую концентрацию раствора устанавливают гравиметрическим методом: солянокислотным, хлорнокислотным или сернокислотным с двойным выпариванием.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают, готовят перед применением.

Массовая концентрация кремния в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

7.1. Навеску ферромарганца массой 0,5 г при массовой доле кремния от 0,1 до 0,8 %, 0,2 г при массовой доле кремния св. 0,8 до 2,0 % и 0,1 г при массовой доле кремния св. 2,0 до 4,0 % помещают в платиновый тигель и смешивают с 2,5 г смеси для сплавления. Тигель накрывают платиновой крышечкой и сплавляют в муфеле при температуре 900—950 °С в течение 10 мин. Охлажденный тигель помещают в полиэтиленовый стакан, приливают 80 см³ горячего раствора соляной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения плава. Тигель удаляют из стакана и обмывают его водой. Для разрушения двуокиси марганца прибавляют несколько капель перекиси водорода и энергично перемешивают. Избыток перекиси водорода связывают несколькими каплями раствора марганцовокислого калия. Содержимое стакана охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ воды и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и через 10 мин приливают 5 см³ восстановительной смеси и доводят до метки водой.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 830 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 640 до 900 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора анализируемой пробы находят массу кремния по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью

С. 4 ГОСТ 21876.4—76

100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001, 0,00002, 0,00003, 0,00004, 0,00005, 0,00006, 0,00007 и 0,00008 г кремния.

В девятую колбу стандартного раствора не приливают. Во все колбы приливают по 1,6 см³ раствора соляной кислоты, по 50 см³ воды и по 5 см³ молибденовокислого аммония, перемешивают и через 10 мин приливают 5 см³ восстановительной смеси, доводят до метки водой. Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 7.1.

В качестве раствора сравнения используют раствор девятой колбы, не содержащей стандартный раствор Б.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам кремния строят градуировочный график.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса кремния, найденная по градуировочному графику, г;
 m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.Н. Морозов, В.Л. Зуева, П.Ф. Агафонов

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.05.76 № 1263

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13091.5—67

4. Стандарт полностью унифицирован с БДС 7512—69

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|
| ГОСТ 83—79 | 6 |
| ГОСТ 3118—77 | 2,6 |
| ГОСТ 3652—69 | 6 |
| ГОСТ 3765—78 | 6 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 |
| ГОСТ 4332—76 | 6 |
| ГОСТ 4461—77 | 2 |
| ГОСТ 6613—86 | 1.2.1 |
| ГОСТ 9428—73 | 6 |
| ГОСТ 9656—75 | 6 |
| ГОСТ 10484—78 | 2 |
| ГОСТ 10929—76 | 6 |
| ГОСТ 24991—81 | 1.2 |
| ГОСТ 20490—75 | 6 |
| ГОСТ 28473—90 | 1.1 |

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ИЗДАНИЕ (апрель 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., марте 1989 г. (ИУС 8—84, 6—89)

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *Н.С.Гришанова*
Корректор *Т.И.Кононенко*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.04.2000. Подписано в печать 16.05.2000. Усл.печл. 0,93. Уч.-издл. 0,57.
Тираж 130 экз. С 5098. Зак. 416.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102