

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОМОЛИБДЕН

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

ГОСТ 13151.5—89
(СТ СЭВ 1230—88)

Издание официальное

3 коп. БЗ 2—89/168

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Метод определения кремния

ГОСТ 13151.5—89

Ferromolybdenum. Method for the determination
of silicon

(СТ СЭВ 1230—88)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.1990
до 01.01.2000**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния в ферромolibдене (при массовой доле кремния от 0,2 до 10%).

Метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливании ее до двуокиси кремния и удалении в виде тетрафторида кремния. Массовую долю кремния рассчитывают по разности масс осадков до обработки фтористоводородной кислотой и остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27349.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:20.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрия пероксид.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

31 Навеску ферромolibдена массой, приведенной в табл 1, помещают в стакан вместимостью 400 см³, прибавляют 30—40 см³ азотной кислоты, прикрывают часовым стеклом и нагревают до полного разложения

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г
От 0,2 до 10 включ	2,0
Св 1,0 » 5,0 »	1,0
» 5,0 » 10,0 »	0,5

В случае анализа ферромolibдена, нерастворимого в кислотах, навеску массой, приведенной в табл 1, помещают в железный или никелевый тигель, куда предварительно насыпано 5 г пероксида натрия. Содержимое тигля хорошо перемешивают металлическим прутом и прибавляют 2 г пероксида натрия. Тигель нагревают на плите до отставания содержимого от его стенок, затем помещают в муфельную печь, нагретую до $(750 \pm 50)^\circ\text{C}$, и сплавляют при этой температуре в течение 4—6 мин. После охлаждения тигель помещают в пластмассовый или фторопластовый стакан вместимостью 400—500 см³, добавляют 150—200 см³ воды и выщелачивают плав при комнатной температуре. После растворения плава тигель удаляют из стакана и обмывают его сначала водой, а затем 2—3 раза соляной кислотой (1·1) и вновь 3—4 раза водой. Раствор переносят в стакан вместимостью 600 см³, в который предварительно налито 25 см³ соляной кислоты.

Затем, при любом из указанных методов разложения навески, в стакан приливают 30—40 см³ серной кислоты (1·1) и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5—8 мин. После охлаждения прибавляют 30—50 см³ соляной кислоты, нагревают, разбавляют горячей водой до 100—150 см³ и снова нагревают до растворения солей. Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр средней плотности с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы.

Фильтр с осадком промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты (1·20) и 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

При массовой доле кремния свыше 4% делают повторное выделение из фильтрата кремниевой кислоты. Для этого фильтрат и промывные воды выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5—8 мин. После охлаждения прибавляют 10 см³ соляной кислоты, нагревают, прибавляют горячей водой до 100 см³, снова нагревают до растворения солей, фильтруют и промывают, как описано выше.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре $(1050 \pm 50)^\circ\text{C}$ в течение 40 мин.

Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты (1:1) и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре $(1050 \pm 50)^\circ\text{C}$ в течение 40 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

В тигель добавляют 3—4 капли серной кислоты (1:1), 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре $(825 \pm 25)^\circ\text{C}$ (во избежание улетучивания вольфрама) в течение 15—30 мин, охлаждают и снова взвешивают.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси 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 двуокиси кремния на кремний;

m — масса навески, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в табл. 2.