

**ФЕРРОНИОБИЙ**

Метод определения кремния

Ferroniobium. Method for determination  
of silicon

ГОСТ

15933.4—90

ОКСТУ 08 09

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ**  
**ЭКЗЕМПЛЯР**Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния в феррониобии при массовой доле сго от 0,5 до 25%.

Метод основан на выделении из сернокислого раствора кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливании ее до диоксида кремния и удалении в виде тетрафторида кремния. Массовую долю кремния рассчитывают по разности между массой осадка до обработки и массой остатка 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 0,08 мм по ГОСТ 20515.

**2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1 : 1, 1 : 4.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180 и раствор с массовой концентрацией 40 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Натрия пероксид.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.



Желатин по ГОСТ 23058, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 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 нагревают и при перемешивании растворяют желатин, охлаждают, доливают водой до объема 100 см<sup>3</sup> и вновь перемешивают.

Раствор для промывания осадка, приготовленный из раствора соляной кислоты (1:50), содержащего на каждые 100 см<sup>3</sup> 1 г щавелевой кислоты.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы, отобранную согласно табл. 1, помещают в железный или никелевый тигель, перемешивают с 5—6 г пероксида натрия и 2 г углекислого натрия.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г
От 0,5 до 5 включ.	1,0
Св. 5 » 10 »	0,5
» 10 » 20 »	0,25
» 20 » 25 »	0,2

Тигель помещают в муфельную печь, нагретую до температуры 650—700 °С, и нагревают до начала расплавления массы, затем сплавляют в течение 4—5 мин. Во избежание наплавления больших количеств никеля или железа холостые пробы в расплавленном состоянии следует выдерживать не более 1 мин. Охлажденный тигель помещают в стакан из фторпласта вместимостью 500 см<sup>3</sup>, прибавляют 100 см<sup>3</sup> воды и выщелачивают плав при комнатной температуре, прикрыв стакан часовым стеклом. После выщелачивания плава тигель удаляют из стакана, затем раствор вливают в стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>, в который предварительно налито 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4). К полученному раствору прибавляют 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), выпаривают до выделения паров серной кислоты и продолжают выпаривание в течение 5 мин.

Содержимое стакана охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты, разбавляют водой до 150—200 см<sup>3</sup> и нагревают до полного растворения солей, избегая кипения. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок промывают 10—12 раз промывным раствором, а за-

тем 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком основной массы кремниевой кислоты сохраняют для последующей обработки.

Фильтрат и промывные воды помещают в стакан, в котором проводилось выделение кремниевой кислоты, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 4—5 мин.

Содержимое стакана охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты и растворяют соли при нагревании, избегая кипения. Прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора желатина, энергично перемешивают в течение 5 мин, затем прибавляют еще 5 см<sup>3</sup> раствора желатина и снова перемешивают в течение 5 мин. После этого раствор с осадком оставляют на 10—15 мин в теплом месте.

Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 10—12 раз промывным раствором, а затем 2—3 раза водой.

Фильтры с основным и дополнительно выделенным осадками кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, осторожно озолотят и прокаливают при температуре  $(1050 \pm 50)^\circ\text{C}$  в течение часа. После охлаждения тигель с осадком взвешивают. Осадок в тигле смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 6—8 капель серной кислоты (1 : 1), 5—7 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре  $(1050 \pm 50)^\circ\text{C}$  в течение 20—30 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_1 = \frac{1(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4) \cdot 0,4674}{m} \cdot 100,$$

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;

$m$  — масса навески пробы, г;

0,4674 — коэффициент пересчета диоксида кремния на кремний.

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