

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

# СИЛИКОМАРГАНЕЦ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

ГОСТ 16591.4—87  
(ИСО 4158—78)

Издание официальное

БЗ 6—97

## СИЛИКОМАНГАНЕЦ

## Методы определения кремния

Silicomanganese.  
Methods for determination of silicon

ГОСТ

16591.4—87

(ИСО 4158—78)

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.88

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрические методы определения кремния в силико-мanganце при массовой доле его от 8 до 30 %.

Допускается проводить определение кремния по методике международного стандарта ИСО 4158—78, которая приведена в приложении.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613.

## 2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и азотной кислотах, сплавлении нерастворимого остатка с углекислым натрием, выделении кремниевой кислоты выпариванием в присутствии хлорной кислоты и последующем определении разности между массой осадка до обработки фтористоводородной кислотой и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с температурой нагрева до 1100 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:9, 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота хлорная, раствор 570 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 2,5 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний роданистый, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Калий азотистокислый по ГОСТ 4140, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>

или

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

## 2.3. Проведение анализа

Навеску силикомарганца массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом и растворяют, нагревая в смеси 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты.

Нерастворимый остаток фильтруют на фильтр средней плотности в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, промывают 5—6 раз раствором соляной кислоты (1:50) и 2—3 раза теплой водой. Фильтрат и промывные воды сохраняют.

Фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают в течение 45 мин в муфельной печи при температуре 900—1000 °С.

После охлаждения остаток смешивают с 3 г углекислого натрия, тигель постепенно нагревают до температуры 500—550 °С, а через 5 мин до температуры 1000 °С.

При этой температуре тигель выдерживают в печи 20 мин, затем вынимают, охлаждают и выщелачивают плав 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:9) в стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> при нагревании.

После выщелачивания плава тигель извлекают, протирают его стенки стеклянной палочкой с резиновым наконечником и ополаскивают водой. Полученный раствор приливают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> с фильтратом и промывными водами, выпаривают до объема несколько меньше 250 см<sup>3</sup>.

К раствору прибавляют 100 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают до появления густых белых паров хлорной кислоты.

После охлаждения добавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, несколько капель раствора азотистокислого калия или азотистокислого натрия и нагревают. Затем добавляют 250 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до полного растворения солей. Образовавшуюся кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы, промывают сначала горячим раствором соляной кислоты (1:50) до отрицательной реакции на железо (проба с раствором роданистого аммония), а затем горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат и промывные воды переносят в тот же стакан, в котором проводилось первое выпаривание, приливают 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают до появления густых белых паров хлорной кислоты.

После охлаждения добавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, несколько капель раствора азотистокислого калия или азотистокислого натрия и нагревают. Затем добавляют 250 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до полного растворения солей. Образовавшуюся кремниевую кислоту отфильтровывают, используя новый фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы, и промывают указанным выше способом.

Оба фильтра с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают в течение 20 мин в муфельной печи при температуре 1000 °С. После охлаждения к осадку прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, осторожно выпаривают до исчезновения паров серной кислоты и прокаливают при температуре 1000—1100 °С до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

Затем содержимое тигля увлажняют 6—8 каплями воды, добавляют 6—8 капель раствора серной кислоты, 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до полного удаления серной кислоты. Сухой остаток прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 20 мин (до постоянной массы) и после охлаждения в эксикаторе снова взвешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 с примесями 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 пробы, г.

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

Массовая доля кремния, %	Погрешность результатов анализа $\Delta$ , %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_x$	двух параллельных определений $d_2$	трех параллельных определений $d_3$	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения $\delta$
От 8 до 10 включ.	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11
Св. 10 » 20 »	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
» 20 » 30 »	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. СЕРНОКИСЛЫЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ЖЕЛАТИНА

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на переведении пробы в растворимое состояние сплавлением с углекислым калием — натрием и перекисью натрия и выделении кремниевой кислоты выпариванием в присутствии серной кислоты. В качестве коагулянта применяют раствор желатина. Массовую долю кремния определяют по разности между массой осадка до обработки фтористоводородной кислотой и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с температурой нагрева до 1100 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:50.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммоний роданистый, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрия перекись.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

#### 3.3. Проведение анализа

Навеску силикомарганца массой 0,25 г помещают в железный или стеклоуглеродистый тигель, прибавляют 1,5 г калия углекислого — натрия углекислого, перемешивают, добавляют 4,5 г перекиси натрия и сплавляют при температуре 700—750 °С. Когда плав станет жидким, тигель выдерживают при этой температуре 3—4 мин. Тигель охлаждают, помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, накрывают стакан часовым стеклом и выщелачивают плав 100—150 см<sup>3</sup> воды. Тигель и часовое стекло ополаскивают водой. Раствор нейтрализуют 25—30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, переносят в стеклянный стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> серной кислоты, перемешивают, выпаривают до паров серной кислоты и продолжают выпаривать в течение 3—5 мин. После охлаждения сернокислые соли растворяют при нагревании в 150—200 см<sup>3</sup> воды и 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Образовавшуюся кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр средней плотности с небольшим количеством фильтробумажной массы. Осадок промывают горячим раствором соляной кислоты (1:50) до отрицательной реакции промывных вод на железо (по реакции с роданистым аммонием), затем 3—4 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют. Фильтр и промывную жидкость собирают в стакан, в котором вели определение. Раствор выпаривают до паров серной кислоты и продолжают выпаривать в течение 3—5 мин. После охлаждения сернокислые соли растворяют в 150—200 см<sup>3</sup> воды, нагревают, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора желатина, перемешивают и оставляют на 5—7 мин, затем фильтруют и промывают указанным выше способом. Дополнительно выделенный осадок присоединяют к основному осадку кремниевой кислоты. Объединенные фильтры с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают 20 мин при температуре 1000 °С.

После охлаждения увлажняют осадок несколькими каплями серной кислоты, осторожно выпаривают до исчезновения паров серной кислоты и прокаливают при температуре 1000—1100 °С