

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР

## ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения кремния

Metallic chrome.  
Methods for determination of silicon

ГОСТ  
13020.5—85

[СТ СЭВ 4505—84]

Взамен

ГОСТ 13020.5—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1410 срок действия установлен

с 01.07.86

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле кремния от 0,1 до 0,4%) и гравиметрический хлорно-кислотный (при массовой доле кремния от 0,4 до 1,0%) методы определения кремния в металлическом хrome.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4505—84.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой гетерополихлоридной кислоты в солянокислом растворе, восстановлении этого соединения аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 630 до 900 нм.



## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 4:5.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, 8 %-ный раствор. Хранят в посуде из полиэтилена.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный раствор; готовят перед применением.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 5 %-ный раствор, свежеприготовленный. Хранят в посуде из полиэтилена.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

## 2.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3) и нагревают в течение 3—5 мин, не допуская кипения раствора. Приливают 2—3 капли азотной кислоты и продолжают нагревание до полного растворения навески, затем приливают 20 см<sup>3</sup> воды. Раствор фильтруют через быстросфильтрующий фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и промывают остаток на фильтре 3—4 раза небольшими порциями горячей воды. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Остаток прокалывают при 800—900 °С, а затем сплавляют с 0,5 г углекислого натрия при 950 °С в течение 20—30 мин.

Тигель охлаждают и помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В тигель осторожно приливают 3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3) и плав выщелачивают при слабом нагревании.

Полученный раствор присоединяют к основному фильтрату и доливают до метки водой.

В две мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора, по 40—50 см<sup>3</sup> воды и в одну из них добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония.

Раствор, в который не добавляли молибденовокислый аммоний, используют в качестве раствора оравнения. Возможное появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о рН 1,3—1,5, необходимом для образования кремнемолибденовокислого комплекса.

Через 15 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония при постоянном перемешивании в обе колбы приливают по 5 см<sup>3</sup> серной кислоты (4:5), по 5 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты и по 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты. Затем раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 30 мин на спектрофотометре при длине волны 810 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 630 до 900 нм.

Массу кремния находят методом сравнения со стандартными образцами металлического хрома, близкими по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенными через все стадии анализа.

#### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot (D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где  $C$  — массовая доля кремния в стандартном образце, %;

$D$  — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

$D_1$  — оптическая плотность раствора стандартного образца;

$D_2$  — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля кремния, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|--------------------------|---------------------------------------|
| От 0,10 до 0,20 включ.   | 0,025                                 |
| Св. 0,20 » 0,50 »        | 0,04                                  |
| » 0,5 » 1,0 »            | 0,06                                  |

### 3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из хлорнокислого раствора пробы путем выпаривания его до выделения обильных паров хлорной кислоты и последующем определении взвешиванием разницы между массой осадка до обработки фтористоводородной кислотой и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

#### 3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная, 42 или 57 %-ный раствор.

#### 3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 2,0 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 30—40 см<sup>3</sup> соляной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения навески раствор окисля-