

# ФЕРРОСИЛИЦИЙ

## Методы определения кремния

Издание официальное



БЗ 7—2001

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 008 «Ферросплавы»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15 апреля 1994 г. (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 июня 2001 г. № 247-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13230.1—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13230.1—81

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

**ФЕРРОСИЛИЦИЙ****Методы определения кремния**

Ferrosilicon. Methods for determination of silicon

Дата введения 2002—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический, титриметрический и термометрический методы определения кремния в ферросилиции при массовой доле его от 8 % до 95 %.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия  
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия  
ГОСТ 4108—72 Барий хлорид 2-водный. Технические условия  
ГОСТ 4140—74 Стронций хлористый 6-водный. Технические условия  
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия  
ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия  
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия  
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия  
ГОСТ 5962—67\* Спирт этиловый ректифицированный. Технические условия  
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия  
ГОСТ 11293—89 Желатин. Технические условия  
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия  
ГОСТ 20848—75 Калий фтористый 2-водный. Технические условия  
ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия  
ГОСТ 24991—81 Феррохром, ферросиликохром, ферросилиций, ферросиликомарганец, ферромарганец. Методы отбора и подготовки проб для химического и физико-химического анализов  
ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

**3 Общие требования**

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

3.2 Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 24991.

**4 Гравиметрический метод****4.1 Сущность метода**

Метод основан на выделении кремния в виде кремниевой кислоты из сернокислого или хлорнокислого раствора, прокаливании кремниевой кислоты до диоксида кремния и удалении в виде тетрафторида кремния путем обработки осадка фтористоводородной кислотой.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

#### 4.2 Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1 и 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная плотностью 1,5 г/см<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или по ГОСТ 18300.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрия пероксид.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 40—50 см<sup>3</sup> воды и оставляют на 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая. Затем желатин растворяют при слабом нагревании и перемешивании. Охлаждают, разбавляют водой до объема 100 см<sup>3</sup> и вновь перемешивают.

Поливиниловый спирт, раствор 10 г/см<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

#### 4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле кремния до 30 %) или 0,25 г (при массовой доле кремния свыше 30 % до 70 %), или 0,2 г (при массовой доле кремния свыше 70 %) помещают в стеклоуглеродный или железный, или никелевый тигель, содержащий 3 г гидроксида калия или натрия, засыпают навеску 2 г гидроксида калия или натрия и приливают 1 см<sup>3</sup> этилового спирта (для хлорнокислотного метода используют только гидроксид натрия).

Тигель помещают на плиту, осторожно нагревают, затем выпаривают содержимое досуха. После охлаждения в тигель добавляют 2 г пероксида натрия и проводят сплавление при температуре 600—650 °С (для стеклоуглеродного тигля) или при температуре 700—750 °С (для железного или никелевого тигля) в течение 5—10 мин.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан из фторопласта вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>, приливают 50—70 см<sup>3</sup> воды и выщелачивают плав без нагревания.

После выщелачивания плава тигель извлекают, протирают его стеклянной палочкой с резиновым наконечником, обмывают небольшим количеством раствора соляной кислоты (1:1) и горячей водой. В стакан добавляют 30—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты и после растворения осадка гидроксидов растворов переносят в стеклянный стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>.

Далее анализ проводят по 4.3.2 или 4.3.3.

##### 4.3.2 Сернокислотный способ выделения кремниевой кислоты

К раствору, полученному по 4.3.1, прибавляют 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают содержимое стакана до объема 70—80 см<sup>3</sup>. К горячему раствору (60—70 °С) приливают 10 см<sup>3</sup> раствора желатина или 2 см<sup>3</sup> раствора поливинилового спирта и хорошо перемешивают. Затем приливают горячую воду до объема 250—300 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, хорошо перемешивают, нагревают и через 10—15 мин осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты (1:50) и затем 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат переносят в стакан, в котором проводилось выделение кремниевой кислоты, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться 2—3 мин.

Содержимое стакана охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 100—150 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до растворения солей. К горячему раствору (~70 °С) приливают 10 см<sup>3</sup> раствора желатина или 2 см<sup>3</sup> поливинилового спирта и хорошо перемешивают. Через 10 мин осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы и промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты (1:50), а затем 2—3 раза горячей водой.

Фильтры с осадками кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, высушивают, осторожно озоляют и прокаливают в течение 40 мин при температуре 1000—1100 °С.

После охлаждения в тигель с осадком добавляют 6—8 капель раствора серной кислоты (1:1), выпаривают до удаления паров серной кислоты и прокаливают при температуре 1000—1100 °С в течение 20 мин.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе, взвешивают, осадок смачивают несколькими кап-