

**ФЕРРОВНАДИИ**  
**Методы определения кремния**  
 Ferrovanadium.  
 Methods for determination of silicon

**ГОСТ**  
**13217.4—90**  
**(СТ СЭВ**  
**1210—89)**

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91  
 до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и атомно-абсорбционный методы определения кремния при массовой доле его от 0,2 до 4,0%.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27349.
- 1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

### 2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 2.1. Сущность метода

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 вычисляют по разности между массой осадка до обработки фтористоводородной кислотой и массой остатка после обработки фтористоводородной кислотой.

#### 2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрия пероксид.

#### 2.3. Проведение анализа

Навеску массой 2,0 г при массовой доле кремния до 0,5% или 1,0 г при массовой доле кремния свыше 0,5% помещают в стакан



вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> и приливают 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 4.

Нагревают до полного растворения навески, осторожно приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин.

В случае труднорастворимого в кислотах феррованадия навеску помещают в железный или никелевый тигель и смешивают с 5—6 г пероксида натрия. Содержимое тигля нагревают при температуре 300—400 °С до спекания пробы, а затем сплавляют при температуре 650—700 °С в течение 5—6 мин. Затем тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан из фторопласта вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>, приливают 80—100 см<sup>3</sup> воды и выщелачивают плав без нагревания.

После выщелачивания плава тигель извлекают, протирают его стенки стеклянной палочкой с резиновым наконечником и ополаскивают водой. Раствор осторожно переносят в стеклянный стакан, в котором находится 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1, и приливают 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1. Раствор выпаривают до паров серной кислоты, которым дают выделяться 5 мин.

При любом способе разложения содержимое стакана охлаждают, осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, приливают 100—150 см<sup>3</sup> теплой воды и нагревают до растворения солей.

Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр средней плотности с небольшим количеством беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты и затем 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат переносят в стакан, снова выпаривают до паров серной кислоты и дополнительно выделяют кремниевую кислоту, как указано выше.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают в течение 40 мин при температуре 1000—1050 °С.

После охлаждения в тигель с осадком добавляют три капли раствора серной кислоты 1 : 1, выпаривают до удаления паров серной кислоты и прокаливают при температуре 1000—1050 °С в течение 10 мин.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе, взвешивают, осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли раствора серной кислоты 1 : 1, 5—6 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре 1000—1050 °С в течение 15—20 мин, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

## 2.4. Обработка результатов

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

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

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 пробы, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,2 до 0,5 включ.	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
Св. 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 2,0 » 4,0 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06

## 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

## 3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции кремния в пламени закись азота — ацетилен при длине волны 251,6 нм с предварительным растворением навески пробы в растворе азотной кислоты.

## 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, растворы 1 : 1, 1 : 20.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Желатин, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111, раствор, содержащий 20 г/дм<sup>3</sup> железа: 144,3 г азотнокислого железа растворяют в 500 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 1 : 20, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Фоновый раствор: 50 г калия-натрия углекислого растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды, добавляют 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 1 : 1, кипятят до удаления углекислого газа. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>; хранят в посуде из полиэтилена.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартный раствор кремния: 2,1394 г двуокиси кремния, предварительно прокаленной при температуре 950—1000 °С и охлажденной в эксикаторе, помещают в платиновый тигель, прибавляют 6 г калия-натрия углекислого, перемешивают и сплавляют при температуре 800—850 °С в течение 30—40 мин.

Тигель охлаждают, плав выщелачивают в 200 см<sup>3</sup> горячей воды в стакане из фторопласта и приливают 20 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия.

Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор в колбе охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и переливают в посуду из полиэтилена. Раствор хранят не более 30 суток.

Для определения массовой концентрации кремния в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 50,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, нагревают до выделения ее паров, а затем еще 10—15 мин, и охлаждают. Осторожно приливают 15 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора желатина, перемешивают, приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды, снова перемешивают и через 5 мин осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности с небольшим количеством беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают 9—10 раз горячим раствором соляной кислоты 1 : 50 и еще 2—3 раза горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при температуре 1000—1050 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Затем осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 3—4 капли раствора серной кислоты, 5—7 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают досуха. Остаток в тигле прокаливают при тем-