

**ФЕРРОТИТАН**

Метод определения кремния

Ferrotitanium.

Method for determination of silicon

**ГОСТ****14250.7—90****(СТ СЭВ 1235—89)**

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91

до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния в ферротитане при массовой доле его от 0,2 до 40%.

Метод основан на выделении из сернокислого раствора кремния в виде кремниевой кислоты, прокаливании ее до диоксида кремния и удалении в виде тетрафторида кремния.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27349.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 28473.

**2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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 раствор слабо нагревают и при перемешивании растворяют желатин, охлаждают, разбавляют водой до объема 100 см<sup>3</sup>, вновь перемешивают.

Натрия пероксид.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР



Смесь для сплавления: натрия пероксид и калий-натрий углекислый смешивают в соотношении 3 : 1.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески пробы, в зависимости от массовой доли кремния, выбирают по табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля кремния, % | Масса навески, г |
|--------------------------|------------------|
| От 0,2 до 2 включ.       | 1,0              |
| Св. 2 > 10               | 0,5              |
| > 10 > 40                | 0,25             |

3.2. При массовой доле кремния до 10% навеску помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 60 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4) и нагревают до полного растворения навески. Затем приливают небольшими порциями 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин.

3.3. При массовой доле кремния свыше 10% навеску помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродистый тигель, перемешивают с 5—6 г смеси для сплавления и засыпают сверху 1—2 г этой же смеси. Вначале тигель нагревают при температуре 300—400°C до отставания содержимого от стенок, затем его помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (600±25)°C, выдерживают до расплавления массы и еще — 5 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан из фторпласта 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, притирают его стенки стеклянной палочкой с резиновым наконечником и обмывают водой. В стакан приливают соляную кислоту до растворения осадка гидроксидов.

Полученный раствор переносят в стеклянный стакан, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 5 мин.

3.4. Полученный одним из способов, указанных в пп. 3.2 и 3.3, раствор охлаждают, осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, затем 100—150 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до растворения солей. В горячий раствор при перемешивании приливают 10 см<sup>3</sup> раствора желатина и выдерживают 5 мин.

Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр средней плотности с добавлением 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, повторно выпаривают до выделения паров серной кислоты, добавляют по каплям азотную кислоту до просветления раствора и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. Затем дополнительно выделяют кремниевую кислоту, как указано выше.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, высушивают, осторожно озоляют и прокаливают в течение 40 мин при температуре  $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$ . После охлаждения в тигель с осадком добавляют 3—5 капель раствора серной кислоты (1:1), выпаривают до удаления паров серной кислоты и прокаливают при температуре  $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$  в течение 40 мин.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли раствора серной кислоты (1:1), 5—6 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре  $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$  в течение 20 мин, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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;

0,4674 — коэффициент пересчета диоксида кремния на кремний;

$m$  — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

| 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 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 > 5,0 >            | 0,09                               | 0,11   | 0,09                          | 0,11                          | 0,06   |
| > 5,0 > 10,0 >           | 0,14                               | 0,19   | 0,15                          | 0,20                          | 0,10   |
| > 10 > 20 >              | 0,2                                | 0,3  | 0,2                           | 0,3                           | 0,16   |
| > 20 > 40 >              | 0,4                                | 0,5  | 0,4                           | 0,5                           | 0,3  |

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Государственного комитета СССР по управлению качеством  
продукции и стандартам от 29.12.90 № 3753

## 3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1235—89

## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 14250.7—80

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-  
ТЫ

| Обозначение НТД, на который<br>дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|
| ГОСТ 3118—77                               | Разд. 2      |
| ГОСТ 4204—77                               | Разд. 2      |
| ГОСТ 4332—76                               | Разд. 2      |
| ГОСТ 4461—77                               | Разд. 2      |
| ГОСТ 10484—78                              | Разд. 2      |
| ГОСТ 11293—78                              | Разд. 2      |
| ГОСТ 26201—84                              | 1.2          |
| ГОСТ 28473—90                              | 1.1          |

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *О. Н. Никитина*  
Корректор *Л. А. Быкова*

Сдано в наб. 14.02.91 Подп. в печ. 26.04.91 2,75 усл. ш. л. 2,75 усл. кр.-отт. 2,41 уч.-изд. л.  
Тир. 5000 Цена 96 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 171