

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ**Методы определения кремния**

Iron powder.
Methods for the determination of silicon

ГОСТ**16412.3—91**

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический (при массовой доле кремния от 0,2% и выше) и фотометрический (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,5%) методы определения кремния в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на выделении кремния в виде полимеризованной кремниевой кислоты из кислого раствора, ее дегидратации и взвешивании полученного диоксида кремния.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:2 и 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий роданистый по ГОСТ 4139.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску железного порошка массой 2 г (при массовой доле кремния от 0,20 до 0,50%) и 1 г (при массовой доле кремния

Издание официальное

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

свыше 0,50%) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и проводят растворение навески и выделение кремниевой кислоты по одному из описанных ниже методов.

2.3.2. Солянокислотный метод

В стакан с навеской приливают 50 см³ соляной кислоты (1 : 1) и растворяют при слабом нагревании в течение 7—10 мин. Добавляют 5 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до растворения пробы. Затем к раствору приливают 20—30 см³ горячей воды и фильтруют нерастворившийся в кислотах остаток на фильтр средней плотности «белая лента». Осадок промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (1 : 50), помещают его в платиновый тигель, высушивают и озоляют.

Тигель охлаждают, добавляют 1 г углекислого натрия, накрывают крышкой и сплавляют при температуре не ниже 1000°C.

Тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 20 см³ соляной кислоты (1 : 2) и нагревают до полного растворения шлага. Тигель с крышкой извлекают из стакана, ополаскивают водой и присоединяют раствор к основному фильтрату.

Раствор осторожно выпаривают досуха, прокаливая остаток при температуре 130—140°C.

Сухой остаток смачивают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха.

После охлаждения к сухому остатку приливают 10—20 см³ соляной кислоты, нагревают в течение 2—3 мин, добавляют 100—150 см³ горячей воды и нагревают содержимое стакана до растворения солей.

Горячий раствор с осадком кремниевой кислоты быстро фильтруют на два фильтра «белая лента».

Осадок промывают горячей соляной кислотой (1 : 50) до отрицательной реакции промывных вод на железо (по реакции с раствором роданистого калия) и затем 2—3 раза водой. Фильтр с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокалывают в рт. температуре 1000—1100°C до постоянной массы.

Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают 3—5 каплями воды, добавляют 2—3 капли серной кислоты, 3—5 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Тигель прокалывают при температуре 1000—1100°C до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.3.3. Серносолянокислотный метод

В стакан с навеской приливают 30—50 см³ соляной кислоты (1 : 1) и нагревают до растворения пробы, затем добавляют по каплям небольшое количество азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора и выпаривают раствор досуха.

Охлажденный сухой остаток смачивают 20 см³ серной кислоты (1:1) и нагревают до появления белых паров серной кислоты, которым дают выделяться в течение 3—5 мин. стакан снимают с плиты, охлаждают, осторожно приливают по стенкам стакана 15 см³ соляной кислоты, слегка перемешивая содержимое стакана. Спустя 1—2 мин приливают 120—130 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей. Далее проводят анализ, как приведено в п. 2.3.2.

2.4. Обработка результатов

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 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, г;

m_4 — масса тигля с остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

0,4674 — коэффициент пересчета с диоксида кремния на кремний;

m — масса навески железного порошка, г.

2.5. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,003
Св. 0,02 » 0,05 »	0,005
» 0,05 » 0,10 »	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,020
» 0,20 » 0,50 »	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,040
» 1,00 » 2,00 »	0,070

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования желтой кремнемолибденовой гетерополиоксикислоты, восстановления этого соединения аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Влияние фосфора и ионов Fe (III) устраняют добавлением лимонной кислоты.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, 1 : 5, 1 : 20 и 1 : 200.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 4 : 5.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор с массовой долей 8 %.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %, приготовленный из перекристаллизованного реактива. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2 %; готовят непосредственно перед употреблением.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А: навеску диоксида кремния массой 0,2139 г, предварительно прокаленную до постоянной массы при температуре 1000—1100°C, помещают в платиновый тигель, прибавляют 2 г углекислого натрия, закрывают платиновой крышкой и сплавляют при температуре 1000—1100°C. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ воды и нагревают до полного растворения плава. Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой. Раствор в колбе охлаждают, добавляют 20 см³ раствора гидроксида натрия, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г кремния.

Устаивают массовую концентрацию стандартного раствора кремнекислого натрия А: 100 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты (1 : 1) и выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 5—7 см³ соляной кислоты, снова выпаривают досуха и нагревают в течение 1 ч при температуре 130—140°C. Приливают 10—15 см³ соляной кислоты (1 : 1), 100 см³ горячей воды и нагревают до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на два фильтра «белая лента». Осадок промывают пять раз горячей соляной кислотой (1 : 20) и еще два раза горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при температуре 1000—1100°C. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют

2—3 капли серной кислоты, 3—5 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля досуха. Остаток в тигле прокалывают при температуре 1000—1100°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Массовую концентрацию раствора (T), выраженную в граммах кремния на 1 см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,4674}{V}$$

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;

V — объем стандартного раствора, взятый для анализа, см³.

Раствор Б: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г кремния.

Растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

Железо карбонильное, ос. ч.

3.3. Проведение анализа

Массу навески железного порошка 0,5 г (при массовой доле кремния от 0,01 до 0,05%) или 0,2 г (при массовой доле кремния от 0,05 до 0,5%) помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20—30 см³ соляной кислоты (1:5), нагревают 5—7 мин, не доводя до кипения. Затем приливают 1 см³ азотной кислоты и продолжают нагревать до полного растворения навески. Приливают 20 см³ воды и кипятят 7—10 мин до полного удаления оксидов азота. Не растворившийся в кислотах остаток отфильтровывают на фильтр «белая лента».

Стакан протирают кусочком фильтра и споласкивают водой. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (1:200), а затем 3—4 раза небольшими порциями горячей воды. Фильтрат сохраняют (раствор 1). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Затем прибавляют 0,5 г углекислого натрия и сплавляют в течение 15 мин при температуре не ниже 1000°С. Тигель охлаждают, помещают в стакан, в котором проводилось растворение навески, приливают 15 см³ соляной кислоты (1:5) и нагревают до полного растворения плава. Тигель вынимают, ополаскивают водой; раствор охлаж-

дают, присоединяют к раствору 1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в коническую колбу вместимостью 100 см³, отбрасывая первые порции фильтрата, предварительно ополоснув ими колбу.

Отбирают аликвотную часть раствора 10 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 50 см³ воды и 10 см³ раствора молибденовокислого аммония. Появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о кислотности раствора, необходимой для образования кремнемолибденового комплекса. Через 10 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония приливают 5 см³ серной кислоты (4 : 5), 5 см³ раствора лимонной кислоты и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы перемешивают. Полученный раствор доливают водой до метки, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Значение оптической плотности раствора измеряют на спектрофотометре при $\lambda = 810$ нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания при $\lambda = 610$ нм.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора анализируемой пробы, в которую добавляют все реактивы, кроме молибденовокислого аммония.

Массовую долю кремния с учетом поправки контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

При массовой доле кремния от 0,01 до 0,05 %.

В шесть стаканов вместимостью 200 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа. В пять из них добавляют последовательно 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует $4 \cdot 10^{-5}$; $8 \cdot 10^{-5}$; $1,2 \cdot 10^{-4}$; $1,6 \cdot 10^{-4}$; $2 \cdot 10^{-4}$ г кремния. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. В стаканы приливают по 30 см³ соляной кислоты (1 : 5), нагревают 2—3 мин и далее проводят анализ по п. 3.3.

При массовой доле кремния от 0,05 до 0,5 %.

В шесть стаканов вместимостью 200 см³ помещают по 0,2 г карбонильного железа. В пять из них добавляют последовательно 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного раствора А, что соответствует $2 \cdot 10^{-4}$; $4 \cdot 10^{-4}$; $6 \cdot 10^{-4}$; $8 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$ г кремния. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. В стаканы приливают по 20 см³ соляной кислоты (1 : 5) и далее проводят по п. 3.3.

По полученным величинам оптической плотности и соответствующим им значениям концентрации кремния строят градуировочный график.

3.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса кремния, найденная по градуировочному графику г;

m — масса навески анализируемого образца, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Академией наук УССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Клименко, канд. техн. наук; А. Е. Кушевский, канд. хим. наук; В. А. Дубок, канд. хим. наук (руководитель темы); В. И. Корнилова, канд. хим. наук; В. В. Гарбуз, канд. хим. наук; Л. Д. Бернацкая

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.05.91 № 692

3. ВЗАМЕН ГОСТ 16412.3—80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3652—69	3.2
ГОСТ 3765—78	3.2
ГОСТ 4139—75	2.2
ГОСТ 4204—75	2.2; 3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 6563—75	2.2; 3.2
ГОСТ 9428—73	3.2
ГОСТ 10483—77	2.2
ГОСТ 28473—90	Разд. 1