

ГОСТ**21600.3—83****(СТ СЭВ 3609—82)****ФЕРРОХРОМ****Метод определения кремния**

Ferrochrome. Method for the determination of silicon

Взамен

ГОСТ 21600.3—76

ОКП 08 4000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1983 г. № 2122 срок действия установлен

с 01.07.84

до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения кремния в феррохроме (при массовой доле кремния от 0,4 до 12%).

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

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3609—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба — по ГОСТ 24991—81 и ГОСТ 23176—78 с дополнениями, указанными в табл. 1.

Таблица 1

Группа феррохрома по ГОСТ 4757—79	Приготовление пробы
Низкоуглеродистый, среднеуглеродистый и азотированный с массовой долей азота менее 4%	Стружка толщиной 0,1—0,2 мм, размельченная в агатовой ступке до крупности частиц, проходящих через сито с сеткой № 1,6 по ГОСТ 6613—73
Углеродистый и азотированный с массовой долей азота 4% и более	Тонкий порошок с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 008 по ГОСТ 6613—73

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 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, плотностью 1,53 или 1,67 г/см³.

Натрия перекись.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску феррохрома массой 1,0 г при массовой доле кремния до 1,0% или 0,5 г при массовой доле кремния свыше 1,0% помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 15 см³ серной кислоты, предварительно добавив 40—50 см³ воды. После растворения навески к раствору приливают 5 см³ азотной кислоты, 25 см³ хлорной кислоты и выпаривают до выделения паров хлорной кислоты.

При анализе трудноразлагаемого феррохрома навеску помещают в железный или никелевый тигель, тщательно перемешивают с 5 г перекиси натрия, засыпают сверху 1 г перекиси натрия и сплавляют. Сплавление проводят в муфельной печи, сначала при умеренном, а затем при более сильном нагревании 750—800°C в течение 4—5 мин до получения жидкой легкоподвижной массы. Охлажденный тигель помещают в стакан из пластмассы вместимостью 500 см³, прибавляют в него 150—200 см³ воды и выщелачивают плав при комнатной температуре, прикрыв стакан часовым стеклом. После растворения плава, тигель удаляют из стакана и обмывают его водой, а затем 2—3 раза раствором соляной кислоты (1 : 1) и вновь 3—4 раза горячей водой. Раствор переносят в стакан вместимостью 600 см³, куда предварительно налито 40 см³ соляной кислоты и выпаривают до состояния влажных солей. Приливают 100 см³ хлорной кислоты и выпаривают до выделения паров хлорной кислоты.

Растворы, полученные после кислотного разложения или после сплавления с перекисью натрия, накрывают часовым стеклом и продолжают выпаривание в течение 15—20 мин. После этого раствор охлаждают, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды и снова выпаривают в течение 10—15 мин от начала выделения паров хлорной кислоты.

Содержимое стакана охлаждают, приливают при перемешивании 50 см³ холодной воды, 10 см³ соляной кислоты, а затем 150 см³ горячей воды и нагревают до растворения солей, после чего осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы и промывают его 12—15 раз теплым раствором соляной

кислоты (1 : 50) и под конец 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат выпаривают до объема примерно 50 см³, прибавляют 25 см³ хлорной кислоты и выпаривают до выделения обильных ее паров. Раствор охлаждают, приливают 150 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, отфильтровывают осадок кремниевой кислоты и промывают, как указано выше.

Фильтры с осадком кремниевой кислоты объединяют, помещают в платиновый тигель, сушат, осторожно озоляют и прокаливают в течение 40 мин при температуре 1000—1050°C. После охлаждения в тигель с осадком добавляют три капли раствора серной кислоты, сушат и прокаливают при температуре 1000—1050°C до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе, взвешивают, осадок смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 3—4 капли раствора серной кислоты, 5—7 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель прокаливают при температуре 1000—1050°C до постоянной массы, 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 двуокиси кремния до обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_3 — масса тигля с осадком в контрольном опыте до обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_4 — масса тигля с остатком в контрольном опыте после обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m — масса навески, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,4 до 0,8 включ.	0,05
Св. 0,8 » 1,5 »	0,07
» 1,5 » 3,0 »	0,10
» 3,0 » 6,0 »	0,15
» 6,0 » 12,0 »	0,20

Изменение № 1 ГОСТ 21600.3—83 Феррохром. Метод определения кремния**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.09.88 № 3198****Дата введения 01.07.89**

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 08 4000 на ОКСТУ 0809
Вводная часть. Заменить значение: 0,4 на 0,1.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86; ~~исключить~~
ссылку: ГОСТ 23176—78.

Раздел 3. Первый абзац. Заменить норму: 1,0 г на 2,0 г.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли кремния приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Δ , %	Допускаемые расхождения, %			δ , %
		d_k	d_2	d_3	
От 0,1 до 0,2 включ.	0,018	0,022	0,018	0,022	0,012
Св. 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 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 »	0,13	0,17	0,14	0,17	0,09
» 10 » 12 »	0,22	0,28	0,23	0,28	0,14

(ИУС № 1 1989 г.)