

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.

Массовая доля кремния, %					Допускаемые расхождения, %				
					Погреш- ность результатов анализа, %	двух сред- них резуль- татов анализа, выполненных в различных условиях	двух па- раллель- ных оп- ределений	трех па- раллель- ных оп- ределе- ний	результатов анализа стандартного образца от аттестован- ного 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

**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 ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который 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. п. л. 2,75 усл. кр.-отт. 2,41 уч.-изд. л.  
Тир. 5000 Цена 95 к.

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