



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНІЙ

Методи визначення кремнію

ДСТУ 7753:2015

Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2016

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Український державний науково-технічний центр з технології та обладнання, обробки металів, захисту навколишнього середовища та використання вторинних ресурсів для металургії та машинобудування «Енергосталь»

РОЗРОБНИКИ: **Г. Душенко; Д. Сталінський**, д-р техн. наук, **В. Мантула; С. Спіріна**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Н. Гриценко**, канд. хім. наук (науковий керівник); **О. Сніжко**

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від 22 червня 2015 р. № 61 з 2016–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 22536.4–88)

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	1
3 Загальні вимоги.....	2
4 Гравіметричний метод визначення масової частки кремнію від 0,1 % до 4,0 %.....	2
5 Фотометричний метод визначення масової частки кремнію від 0,01 % до 1,0 %	4
6 Фотометричний метод визначення масової частки кремнію від 0,005 % до 0,10 %	6
7 Норми точності.....	7
8 Вимоги до кваліфікації оператора	7
9 Вимоги щодо безпеки	8

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ**СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ**

Методи визначення кремнію

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения кремния

CARBON STEEL AND UNALLOYED CAST IRON

Methods for determination of silicon

Чинний від 2016-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки кремнію: гравіметричний (від 0,1 % до 4,0 %) та фотометричний (від 0,005 до 1,0 %) в сталі вуглецевій та чавуні нелегованому.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева і чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація та загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывоопасность. Общие требования (ССБП. Вибухонебезпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия (Реактивы. Натрій вуглекислий. Технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактивы. Кислота соляна. Технічні умови)

ГОСТ 3765–78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия (Реактивы. Амоній молібденовокислий. Технічні умови)

ГОСТ 4165–78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия (Реактивы. Мідь (II) сірчанооксида 5-водна. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактивы. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроксид. Технические условия (Реактивы. Натрію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактивы. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 6344–73 Реактивы. Тиомочевина. Технические условия (Реактивы. Тіосечовина. Технічні умови)

ГОСТ 6563–75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия (Вироби технічні з благородних металів і сплавів. Технічні умови)

ГОСТ 9428–73 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия (Реактиви. Кремній (IV) оксид. Технічні умови)

ГОСТ 10484–78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия (Реактиви. Кислота фтористоводнева. Технічні умови)

ГОСТ 11125–84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия (Кислота азотна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 11293–89 Желатин. Технические условия (Желатин. Технічні умови)

ГОСТ 13610–79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (Залізо карбонільне радіотехнічне. Технічні умови)

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия (Кислота соляна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия (Спирт этиловый ректифікований технічний. Технічні умови)

ГОСТ 19522–74 Аммоний роданистый технический. Технические условия (Амоній роданистий технічний. Технічні умови)

ГОСТ 22180–76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия (Реактиви. Кислота щавлева. Технічні умови).

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу — згідно з ДСТУ 7749.

3.2 Норми точності й нормативи контролю точності визначення масової частки кремнію наведено в розділі 7.

4 ГРАВИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ КРЕМНІЮ ВІД 0,1 % ДО 4,0 %

4.1 Суть методу

Метод ґрунтується на виділенні кремнію у вигляді полімеризованої кремнієвої кислоти з кислого розчину, її дегідратації, прожарюванні до діоксиду кремнію та видаленні у вигляді фториду кремнію.

Масу кремнію визначають за різницею між масою осаду до та після оброблення фтористоводневою кислотою.

4.2 Апаратура, реактиви та розчини

Піч муфельна будь-якого типу, що забезпечує нагрівання до температури 1000 °С.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261 і розведена 1:1 та 1:50.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204 і розведена 1:1, 1:2 та 1:4.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125 і розведена 1:2.

Кислота хлорна, ч.д.а. чи х.ч.

Кислота фтористоводнева — згідно з ГОСТ 10484.

Амоній роданистий — згідно з ГОСТ 19522, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Тигель платиновий — згідно з ГОСТ 6563.

4.3 Аналізування

4.3.1 Наважку сталі або чавуну залежно від масової частки кремнію та відповідно до таблиці 1 вміщують у стакан місткістю (250—300) см³ та виконують розчинення наважки й виділення кремнієвої кислоти одним із наведених нижче методів.

Таблиця 1

Масова частка кремнію, %		Наважка проби, г
Від	0,1 до 0,5 включ.	2,0
Понад	0,5 » 2,0 »	1,0
»	2,0 » 4,0 »	0,5

4.3.2 Сірчанокислотний метод

У стакан із наважкою додають (15—25) см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, накривають стакан годинниковим склом (далі — скло) і нагрівають до повного розчинення проби. Потім обережно додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та 20 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:1. Знімають скло, обмивають його і випарюють вміст стакану до появи білих парів сірчаної кислоти, яким дають виділятися протягом (5—8) хв. Стакан знімають із плити, охолоджують й обережно по стінках стакану додають (10—20) см³ соляної кислоти, злегка перемішуючи вміст. Через (4—5) хв додають (100—150) см³ гарячої води й нагрівають, перемішуючи, до розчинення солей. Осад одразу відфільтровують на фільтр «біла стрічка», який містить невелику кількість беззольної фільтропаперової маси й промивають гарячою соляною кислотою, розведеною 1:50, до негативної реакції промивної води на залізо (проба з розчином роданистого амонію), а потім (3—5) разів гарячою водою. Фільтр з осадом зберігають.

Фільтрат разом із промивною водою переносять у той самий стакан, у якому виконували розчинення, і додатково виділяють кремнієву кислоту, виконуючи операції випарювання розчину та фільтрування осаду, як зазначено вище.

Фільтри з основним і додатково виділеним осадами вміщують у платиновий тигель, висушують, озолують і прожарюють за температури (1000—1100) °С до сталої маси. Після цього тигель з осадом охолоджують в екзикаторі та зважують. Потім осад змочують (3—5) краплями води, підливаючи її по стінках тигля, додають (3—5) крапель сірчаної кислоти, розведеної 1:2, та (3—5) см³ фтористоводневої кислоти. Вміст тигля обережно, не допускаючи кипіння, випарюють до припинення виділення білих парів сірчаної кислоти. Далі тигель прожарюють за температури (1000—1100) °С до сталої маси, охолоджують в екзикаторі та зважують. Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів.

4.3.3 Сірчано-солянокислотний метод

У стакан із наважкою додають (30—50) см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, накривають стакан склом і нагрівають до розчинення проби. Після розчинення наважки до розчину обережно додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання, знімають скло, ополіскують його теплою водою та випарюють вміст стакану насухо.

Охолоджений сухий залишок змочують 20 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:1, нагрівають до появи білих парів сірчаної кислоти, яким дають виділятися протягом (3—5) хв. Стакан знімають із плити, охолоджують, обережно додають по стінках стакану 15 см³ соляної кислоти, злегка перемішуючи вміст стакану. Через (3—5) хв доливають (120—130) см³ гарячої води та нагрівають до розчинення солей. Далі виконують аналізування, як зазначено в 4.3.2.

4.3.4 Хлорнокислотний метод

У стакан із наважкою додають (15—20) см³ азотної кислоти, розведеної 1:2, накривають стакан склом і нагрівають до розчинення проби. Якщо проба не розчиняється в азотній кислоті, додають ще (10—15) см³ соляної кислоти. Після розчинення наважки додають 20 см³ хлорної кислоти й випарюють розчин до появи білих парів хлорної кислоти. Стакан накривають склом і продовжують випарювати протягом (15—20) хв. Вміст стакану охолоджують, обережно доливають (15—20) см³ соляної кислоти, (100—150) см³ гарячої води, злегка перемішуючи вміст стакану, і нагрівають до розчинення солей за температури (60—70) °С (не більше ніж (4—6) хв). Далі виконують аналізування, як зазначено в 4.3.2.

4.4 Опрацювання результатів

4.4.1 Масову частку кремнію X_1 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,4674 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

- де m_1 — маса тигля з осадом діоксиду кремнію, г;
 m_2 — маса тигля із залишком після оброблення фтористоводневою кислотою, г;
 m_3 — маса тигля з осадом контрольного дослід, г;
 m_4 — маса тигля із залишком контрольного дослід після оброблення фтористоводневою кислотою, г;
 m — маса наважки аналізованої проби, г;
 0,4674 — коефіцієнт перерахування діоксиду кремнію на кремній.

5 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ КРЕМНІЮ ВІД 0,01 % ДО 1,0 %

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні жовтої кремнемолібденової гетерополікислоти в слабкислому середовищі з подальшим відновленням цієї сполуки аскорбіновою кислотою або тіосечовиною в присутності каталізатора сірчаної кислоти міді до кремнемолібденової сині й вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину за довжини хвилі 810 нм або в інтервалі довжин хвилі (600—650) нм.

5.2 Апаратура, реактиви та розчини

Фотоелектроколориметр або спектрофотометр.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204, розведена 1:3 та 1:8.

Натрій вуглекислий — згідно з ГОСТ 83.

Кислота щавлева — згідно з ГОСТ 22180, розчин масовою концентрацією 80 г/дм³.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118, розведена 1:3.

Амоній молібденовокислий — згідно з ГОСТ 3765, перекристалізований, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Перекристалізацію молібденовокислого амонію виконують так: 250 г молібденовокислого амонію розчиняють у 400 см³ води за температури (70—80) °С. Гарячий розчин фільтрують на фільтр «синя стрічка» в стакан, що містить 300 см³ етилового спирту. Розчин охолоджують до кімнатної температури, дають осадити молібденовокислого амонію відстоятися протягом години та фільтрують на воронку Бюхнера з фільтром «біла стрічка». Кристали промивають двічі—тричі етиловим спиртом порціями (20—30) см³ і висушують на повітрі.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221 або ГОСТ 18300.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з ГОСТ 13610.

Кислота аскорбінова фармакопейна, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³, свіжоприготований.

Тіосечовина — згідно з ГОСТ 6344, розчин масовою концентрацією 100 г/дм³.

Мідь сірчаної кислоти (II) 5-водна — згідно з ГОСТ 4165, розчин масовою концентрацією 4 г/дм³ у сірчаній кислоті, розведеної 1:3.

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, розчин масовою концентрацією 100 г/дм³.

Желатин — згідно з ГОСТ 11293, розчин масовою концентрацією (5—10) г/дм³.

Кремнію (IV) оксид (діоксид кремнію) — згідно з ГОСТ 9428, прожарений за температури (1000—1100) °С.

Інша апаратура та реактиви — відповідно до 4.2.

Стандартні розчини кремнію

Розчин А. Наважку діоксиду кремнію масою 0,2140 г сплавляють у платиновому тиглі з двома грамами безводного вуглекислого натрію. Плав вилуговують у гарячій воді, додають 40 см³ розчину гідроксиду натрію масовою концентрацією 100 г/дм³, переливають розчин у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ стандартного розчину А містить 0,0001 г кремнію.

Розчин Б. 50 см³ розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 250 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ стандартного розчину Б містить 0,00002 г кремнію.

Розчини зберігають у поліетиленовому посуді.

Установлення масової концентрації стандартного розчину кремнію А: 50 см³ стандартного розчину вміщують у стакан місткістю 200 см³, доливають 30 см³ соляної кислоти, випарюють до вологих солей, доливають 10 см³ соляної кислоти й знову випарюють до вологих солей. Стакан з осадом охолоджують до температури 50 °С, доливають 10 см³ соляної кислоти та (1—2) см³ розчину желатину. Через 1 хв додають ще 2 см³ розчину желатину, перемішують і дають відстоятися протягом 10 хв. Потім додають 50 см³ гарячої води, перемішують, через 10 хв додають ще 50 см³ гарячої води та знову перемішують, після чого фільтрують на фільтр «біла стрічка», який містить невелику кількість фільтропаперової маси, промивають (8—10) разів теплим розчином соляної кислоти, розведеної 1:50, а потім ще (4—5) разів гарячою водою.

Фільтр з осадом вміщують у платиновий тигель і далі виконують, як зазначено в 4.3.2, урахувавши оброблення отриманого осаду діоксиду кремнію фтористоводневою кислотою.

Масову концентрацію стандартного розчину T , виражену в грамах кремнію на 1 см^3 розчину, обчислюють за формулою:

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,4674 \cdot 100}{V}, \quad (2)$$

- де V — об'єм стандартного розчину кремнію, взятий для аналізування, см^3 ;
 m_1 — маса тигля з осадом діоксиду кремнію до оброблення фтористоводневою кислотою, г;
 m_2 — маса тигля із залишком після оброблення фтористоводневою кислотою, г;
 m_3 — маса тигля з осадом контрольного дослідження до оброблення фтористоводневою кислотою, г;
 m_4 — маса тигля із залишком контрольного дослідження, після оброблення фтористоводневою кислотою, г;
 m — маса наважки проби, г;
 0,4674 — коефіцієнт перерахування діоксиду кремнію на кремній.

5.3 Аналізування

5.3.1 Наважку сталі або чавуну залежно від масової частки кремнію та відповідно до таблиці 2 вміщують у конічну колбу місткістю 100 см^3 , доливають $(10\text{—}15) \text{ см}^3$ сірчаної кислоти, розведеної 1:8, і нагрівають на водяній бані, не допускаючи кипіння розчину (допустимо використовувати електроплиту з низькотемпературним нагріванням).

Таблиця 2

	Масова частка кремнію, %				Маса наважки, г	Аліквотна частина розчину, см^3
Від	0,01	до	0,05	включ.	0,5	10
Понад	0,05	»	0,10	»	0,3	10
»	0,1	»	0,5	»	0,2	5
»	0,5	»	1,0	»	0,1	5

Після розчинення наважки до розчину обережно додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину й у надлишок (1—2) краплі. Стінки колби обмивають невеликою кількістю води й розчин продовжують нагрівати (3—5) хв, не допускаючи кипіння, до повного видалення оксидів азоту. Розчин фільтрують на фільтр «біла стрічка» в мірну колбу місткістю 100 см^3 і промивають осад на фільтрі (3—4) рази невеликими порціями гарячої води. Вміст колби охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують.

Дві аліквотні частини розчину відповідно до таблиці 2 вміщують у дві мірні колби місткістю 50 см^3 (за масової частки кремнію (0,01—0,05) %) або 100 см^3 (за масової частки кремнію більше ніж 0,05 %), в одну з них додають 10 см^3 розчину молібденовокислого амонію, перемішують і витримують 15 хв для утворення жовтої молібденовокремнієвої гетерополікислоти. Потім у колби додають суворо в установленому порядку, перемішуючи після додавання кожного реактиву: 10 см^3 сірчаної кислоти, розведеної 1:3, 5 см^3 розчину щавлевої кислоти, 5 см^3 розчину аскорбінової кислоти, доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густина забарвленого розчину вимірюють через 30 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 810 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвилі (600—650) нм. Як розчин порівняння застосовують другу аліквотну частину розчину аналізованої проби, до якої додано всі реактиви, за винятком молібденовокислого амонію.

Для відновлення жовтої форми молібденовокремнієвої гетерополікислоти допустимо використовувати тіосечовину в присутності сірчаної кислоти міді. У цьому разі після витримання розчину протягом 15 хв у колби додають 10 см^3 розчину сірчаної кислоти міді, перемішують, додають 5 см^3 розчину тіосечовини, доливають водою до позначки та знову перемішують.

Оптичну густина вимірюють через (3—5) хв, як зазначено вище. Як розчин порівняння використовують другу аліквотну частину розчину аналізованої проби, до якої додано всі реактиви, за винятком молібденовокислого амонію. Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів.

Від значення оптичної густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного дослідження.

Масу кремнію визначають за градувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби й проведеним через усі стадії аналізування.

5.3.2 Побудова градувального графіка

5.3.2.1 За масової частки кремнію (0,01—0,05) %

У сім конічних колб місткістю 100 см³ вміщують 0,5 г карбонільного заліза. У шість із них додають послідовно (2; 4; 6; 9; 12; 15) см³ стандартного розчину Б, що відповідає (0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00018; 0,00024; 0,00030) г кремнію. Сьома колба слугує для контрольного дослідю.

У всі колби додають (10—15) см³ розчину сірчаної кислоти, розведеної 1:8, і далі виконують аналізування, як зазначено в 5.3.1.

5.3.2.2 За масової частки кремнію (0,05—1,0) %

У сім конічних колб місткістю 100 см³ вміщують (0,1—0,3) г карбонільного заліза залежно від наважки аналізованої проби. У шість із них послідовно додають (1; 3; 5; 7; 10; 12) см³ стандартного розчину А, що відповідає (0,0001; 0,0003; 0,0005; 0,0007; 0,0010; 0,0012) г кремнію. Сьома колба слугує для виконання контрольного дослідю.

У всі колби додають (10—15) см³ розчину сірчаної кислоти, розведеної 1:8, і далі виконують аналізування, як зазначено в 5.3.1.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси кремнію будують градувальний графік. Допустимо будувати градувальний графік у координатах оптична густина — масова частка кремнію.

5.4 Опрацювання результатів

5.4.1 Масову частку кремнію X_2 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

де m_1 — маса кремнію в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;
 m — маса наважки аналізованої проби, г.

6 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ КРЕМНІЮ ВІД 0,005 % ДО 0,10 %

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні кремнемолібденового комплексу та відновленні його до молібденової сині залізом (II), що утворилося під час розчинювання наважки проби в слабокислому середовищі та вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину за довжини хвилі 810 нм.

6.2 Апаратура, реактиви та розчини

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204, розведена 1:20.

Інші реактиви — відповідно до 4.2 та 5.2.

6.3 Аналізування

6.3.1 Наважку сталі або чавуну залежно від масової частки кремнію та відповідно до таблиці 3 вміщують у конічну колбу місткістю 100 см³, накривають склом і розчиняють у (15—20) см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:20, повільно нагріваючи на водяній бані.

Таблиця 3

Масова частка кремнію, %				Маса наважки, г	Аліквотна частина, см ³	
Від	0,005	до	0,030	включ.	0,50	20
Понад	0,03	»	0,10	»	0,25	10

Щоб запобігти можливому окисненню заліза (II) до заліза (III), під час розчинювання проби не можна допускати контакту з окиснювальними речовинами. Після повного розчинення наважки розчин одразу фільтрують на фільтр «біла стрічка» в мірну колбу місткістю 100 см³, охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують. Аліквотну частину розчину (10 або 20) см³ (відповідно до таблиці 3) вміщують у мірну колбу місткістю 50 см³, повільно додають 10 см³ розчину молібденовокислого амонію та перемішують. Через (3—5) хв обережно по стінках колби додають 10 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, й одразу доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину аналізованого розчину вимірюють через (15—20) хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 810 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль (600—650) нм. Як розчин порівняння використовують воду. Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів.

Від значення оптичної густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного дослід.

Масу кремнію визначають за градувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби й проведеним через усі стадії аналізування.

6.3.2 Побудова градувального графіка

У сім конічних колб місткістю 100 см³ вміщують (0,25—0,50) г карбонільного заліза залежно від наважки аналізованої проби. У шість із них послідовно додають (1; 3; 6; 9; 12; 15) см³ стандартного розчину Б, що відповідає (0,00002; 0,00006; 0,00012; 0,00018; 0,00024; 0,00030) г кремнію. У колби доливають по (15—20) см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:20, і далі аналізування виконують, як зазначено в 6.3.1. Сьома колба слугує для готування розчину контрольного дослід.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси кремнію будують градувальний графік у координатах оптична густина — маса кремнію, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах оптична густина — масова частка кремнію, у відсотках.

6.4 Опрацювання результатів

6.4.1 Масову частку кремнію X_3 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (4)$$

де m_1 — маса кремнію в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком;
 m — маса наважки аналізованої проби, г.

7 НОРМИ ТОЧНОСТІ

7.1 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки кремнію наведено в таблиці 4.

Таблиця 4

У відсотках

Масова частка кремнію	Границя допустимої похибки результатів аналізування, Δ	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізування, виконаних у різних умовах, D_2	двох одночасних визначень, d_2	трьох одночасних визначень, d_3	результатів аналізування стандартного зразка від атестованого значення, δ
Від 0,005 до 0,010 включ.	0,0022	0,0028	0,0023	0,0028	0,0014
Понад 0,01 « 0,02 «	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
« 0,02 « 0,05 «	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
« 0,05 « 0,10 «	0,008	0,010	0,008	0,010	0,005
« 0,1 « 0,2 «	0,014	0,018	0,014	0,018	0,009
« 0,2 « 0,5 «	0,022	0,028	0,022	0,028	0,014
« 0,5 « 1,0 «	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
« 1,0 « 2,0 «	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
« 2,0 « 4,0 «	0,07	0,08	0,07	0,08	0,04

8 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

8.1 До роботи з устаткуванням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкції з експлуатації устаткування, правила експлуатації електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і допущені до роботи в установленому на підприємстві (організації) порядку.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ


9.1 Під час аналізування треба дотримувати вимоги щодо безпеки, виробничої санітарії й охорони навколишнього середовища, викладені в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях, і розроблені на підставі ДСТУ 7237, ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.010 та чинних нормативних документів.

9.2 **ЗАСТОРОГА!** Особливу увагу треба звернути на вибухонебезпечність хлорної кислоти у присутності аміаку, сполук азоту й будь-яких органічних матеріалів.

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: чавун, сталь, кремній, фотометричний метод, гравіметричний метод, наважка, похибка, градувальний графік, розчин, стандартний зразок.

Редактор Л. Ящук
Верстальник В. Мультян

Підписано до друку 18.04.2016. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,39. Зам.  Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647