



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

ГОСТ 12346—78

(СТ СЭВ 486—77, ИСО 439—82, ИСО 4829—1—86)

Издание официальное

БЗ 5—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ****Методы определения кремния**Alloyed and high-alloyed steels.
Methods of silicon determination**ГОСТ
12346—78
(СТ СЭВ 486—77,
ИСО 439—82,
ИСО 4829—1—86)**

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,05 до 0,80 %), гравиметрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,1 до 7,0 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 489—77, а также стандартам ИСО 439—82 и ИСО 4829—1—86.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.
(Измененная редакция, Изм. № 4).

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ
(0,05—0,80 %)****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании желтого кремнемолибденового комплекса в солянокислом растворе (оптимальное значение pH 1,3—1,5), восстановлении этого соединения аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

С. 10 ГОСТ 12346—78

роданистым аммонием) и 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат и промывную жидкость переносят в стакан, в котором проводили растворение навески, нагревают до появления паров серной кислоты и нагревают еще 3—5 мин.

Стакан охлаждают, прибавляют 10 см³ соляной кислоты, нагревают 3—5 мин и осторожно, при перемешивании, приливают небольшими порциями 130—150 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения солей и затем почти до кипения.

Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы, промывают горячей соляной кислотой 1:20 до отсутствия в промывной жидкости ионов трехвалентного железа (по реакции с роданистым аммонием) и 2—3 раза горячей водой.

Фильтры с основным и дополнительно выделенным осадками помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при 1000—1100 °С.

После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 3—4 капли серной кислоты 1:1 (при наличии в осадке окислов вольфрама, ниобия и др. добавляют 4—6 капель серной кислоты 1:1), приливают 3—5 см³ фтористоводородной кислоты и, не давая раствору кипеть, осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Остаток в тигле прокаливают при 1000—1100 °С (если в стали содержится более 0,5 % вольфрама, осадок в тигле прокаливают при 750—800 °С), охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

В обоих случаях осадок в тигле прокаливают до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.3.4. Определение кремния в сталях, содержащих до 1 % вольфрама, хлорнокислотным методом

Навеску стали (п. 3.3.1) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 20—30 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1 или 40 см³ смеси соляной кислоты, разбавленной 1:1, и азотной кислоты, разбавленной 3:1, и нагревают до полного

разложения навески. Приливают 20—30 см³ хлорной кислоты плотностью 1,65 и нагревают до появления ее паров. стакан накрывают часовым стеклом и нагревают 15—20 мин.

Раствор охлаждают, осторожно, при перемешивании, приливают 120—130 см³ горячей воды, нагревают до растворения солей и затем почти до кипения.

Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают горячей соляной кислотой 1:20 до отсутствия в промывной жидкости ионов трехвалентного железа (по реакции с роданистым аммонием) и еще 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат и промывную жидкость переносят в стакан, в котором проводили растворение навески. Раствор выпаривают до появления паров хлорной кислоты и нагревают 15—20 мин. стакан охлаждают, осторожно, при перемешивании, приливают 120—130 см³ горячей воды, нагревают до растворения солей и затем почти до кипения.

Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают горячей соляной кислотой 1:20 до отсутствия в промывной жидкости ионов трехвалентного железа (по реакции с роданистым аммонием), затем 2—3 раза горячей водой.

Фильтры с основным и дополнительно выделенным осадками помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при 1000—1100 °С до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 3—4 капли серной кислоты 1:1 (при наличии в осадке окислов вольфрама, ниобия и др. добавляют 4—6 капель серной кислоты 1:1) приливают 3—5 см³ фтористоводородной кислоты, и не давая раствору кипеть, осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при 1000—1100 °С (если в стали содержится более 0,5 % вольфрама, осадок в тигле прокаливают при 750—800 °С), охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

В обоих случаях осадок прокаливают до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

С. 12 ГОСТ 12346—78

3.4. Обработка результатов

3.4.1. 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 — масса навески, г;
 m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния, г;
 m_2 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;
 m_3 — масса тигля с осадком, полученным в контрольном опыте, г;
 m_4 — масса тигля с остатком, полученным в контрольном опыте после обработки фтористоводородной кислотой, г;
0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния указаны в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н.Н. Лякишев, В.Т. Соломатин, А.А. Федоров, А.И. Оржиховская, Т.Ф. Рыбина, А.М. Кричевская, Р.Д. Малинина, Г.В. Козина, М.С. Дымова, Е.И. Васильева, Н.И. Елина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.11.78 № 3081

3. ВЗАМЕН ГОСТ 12346—66, кроме общих указаний

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 484—77 и стандартам ИСО 439—82 и ИСО 4829—1—86

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3765—78	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4332—76	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 9428—73	2.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 11125—84	2.2
ГОСТ 14261—77	2.2, 3.2
ГОСТ 14262—78	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 19522—74	3.2
ГОСТ 22180—76	2.2
ГОСТ 28473—90	1.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 23.10.91 № 1640

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в августе 1980 г., августе 1984 г., июне 1989 г., октябре 1991 г. (ИУС 11—80, 11—84, 8—89, 1—92)

Редактор Т.А. Леонова
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор А.В. Прокофьева
Компьютерная верстка Е.Н. Мартымяновой

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.02.97. Подписано в печать 24.02.97.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,81. Тираж 262 экз. С195. Зак. 157

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тид. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

С. 2 ГОСТ 12346—78

Мешающее влияние фосфорномолибденового комплекса устраняется добавлением щавелевой кислоты. Мышьяково-молибденовый комплекс образуется только при температуре кипения раствора.

Метод применим при определении кремния в сталях, содержащих менее 3 % вольфрама и 2 % ниобия.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. А п п а р а т у р а и р е а к т и в ы

Спектрофотометр типа СФ-16 или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:3, 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или по ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или по ГОСТ 14262 разбавленная 4:5 или 1:1.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, 8 %-ный раствор.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный раствор; готовят непосредственно перед употреблением.

Железо карбонильное особой чистоты.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, 5 %-ный раствор, приготовленный из перекристаллизованного реактива.

Перекристаллизация молибденовокислого аммония. 250 г реактива растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 70—80 °С. Осторожно добавляют аммиак до явного запаха. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до 20—25 °С и приливают при перемешивании 300 см³ этилового спирта. Осадку дают отстояться 1 ч и отфильтровывают его на фильтр «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера, пользуясь водоструйным насосом. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х.ч.

Допускается применение реактива при содержании кремния не более 0,003 %.

Калий углекислый—натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Двуокись кремния по ГОСТ 9428.

Натрий кремнекислый, стандартные растворы А и Б.

Приготовление раствора А. 0,2139 г двуокиси кремния, прокаленной до постоянной массы при 1000—1100 °С, помещают в платиновый тигель, прибавляют 2 г углекислого натрия или углекислого калия-натрия, перемешивают, закрывают крышкой и сплавляют при

1000—1100 °С. Тигель охлаждают, ополаскивают снаружи водой, помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 50—60 см³ воды и нагревают до полного растворения плава.

Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, фильтр промывают 3—5 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор в колбе охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор кремнекислого натрия хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде; 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г кремния.

Определение массовой концентрации стандартного раствора А.

Солянокислотный метод. 50 см³ раствора А помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и приливают 20—25 см³ соляной кислоты 1:1. Раствор в стакане выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 5—7 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха.

Сухой остаток нагревают 1 ч при 130—140 °С. Приливают 8—10 см³ соляной кислоты и нагревают 3—5 мин; приливают 80—100 см³ горячей воды, стакан накрывают часовым стеклом и раствор нагревают до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают 3—5 раз горячей соляной кислотой 1:20 и еще 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют.

Фильтрат и промывную жидкость переносят в стакан, в котором проводили первое осаждение кремниевой кислоты, и выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 5—7 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Сухой остаток нагревают 1 ч при 130—140 °С. К сухому остатку приливают 8—10 см³ соляной кислоты, нагревают 3—5 мин, приливают 80—100 см³ горячей воды, нагревают до растворения солей и затем почти до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на фильтр «белая лента», с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают 3—5 раз горячей соляной кислотой 1:20 и 2—3 раза горячей водой. Фильтры с основным и дополнительно выделенным осадками помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокалывают при 1000—1100 °С.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 3—4 капли серной кислоты 1:1, 3—5 см³ фтористоводородной кислоты и, не давая раствору кипеть, осторожно выпаривают содержимое тигля досуха. Остаток в тигле прокалывают при 1000—1100 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

С. 4 ГОСТ 12346—78

В обоих случаях осадок в тигле прокаливают до постоянной массы.

Сернокислотный метод. 50 см³ раствора А помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 25—30 см³ серной кислоты 1:2, нагревают до появления ее паров, нагревают еще 3—5 мин, после чего охлаждают. Осторожно прибавляют 10 см³ соляной кислоты, нагревают 3—5 мин и охлаждают. При перемешивании прибавляют небольшими порциями 80—100 см³ горячей воды. стакан накрывают часовым стеклом и нагревают раствор почти до кипения.

Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают 3—5 раз горячей соляной кислотой 1:20 и 2—3 раза горячей водой. Фильтр с осадком сохраняют. Фильтрат и промывную жидкость переносят в стакан, в котором производили первое осаждение кремниевой кислоты, нагревают до появления паров серной кислоты, нагревают еще 3—5 мин, после чего охлаждают. Прибавляют 10 см³ соляной кислоты, нагревают 3—5 мин и осторожно, при перемешивании, приливают небольшими порциями 80—100 см³ горячей воды.

Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают раствор почти до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы, промывают 3—5 раз горячей соляной кислотой 1:20 и еще 2—3 раза горячей водой. Фильтры с основным и дополнительно выделенным осадками помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют.

Осадок прокаливают при 1000—1100 °С. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 3—4 капли серной кислоты 1:1, 3—5 см³ фтористоводородной кислоты и, не давая раствору кипеть, осторожно выпаривают досуха. Остаток в тигле прокаливают при 1000—1100 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

В обоих случаях осадок в тигле прокаливают до постоянной массы.

Массовую концентрацию кремния, г, содержащегося в 1 см³ раствора кремнекислого натрия (T) вычисляют по формуле

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,4674}{50},$$

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси кремния, г;

- m_2 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;
- m_3 — масса тигля с осадком в контрольном опыте, г;
- m_4 — масса тигля с остатком в контрольном опыте после обработки фтористоводородной кислотой, г;
- 0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний;
- 50 — объем стандартного раствора А, взятого для опыта, см³.

Раствор Б готовят перед употреблением. 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г кремния.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

2.3. Проведение анализа

0,1 г стали помещают в стакан или колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты (1:3) и 1 см³ азотной кислоты при массовой доле кремния до 0,40 % или 20 см³ соляной кислоты (1:3) и 1 см³ азотной кислоты при массовой доле кремния 0,40—0,80 %. Накрывают стакан или колбу часовым стеклом и нагревают до растворения навески, не допуская кипения. Приливают 10 см³ воды и кипятят 2—3 мин до удаления окислов азота.

Если сталь не растворяется в указанных кислотах, навеску можно растворять в смеси соляной и азотной кислот (1:1), (3:1) или в смеси азотной и соляной кислот (1:6), (1:8).

Количество прибавленной для растворения навески соляной и азотной кислот не должно превышать вышеуказанного.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при 900—1000 °С. После охлаждения в эксикаторе содержимое тигля сплавляют с 0,5 г углекислого натрия при 1000—1100 °С.

Тигель с плавом охлаждают, ополаскивают внешние стенки тигля водой и помещают в стакан вместимостью 200 см³. Плав выщелачивают в 20—25 см³ воды при нагревании. Раствор охлаждают и присоединяют к основному фильтрату; доливают до метки водой и перемешивают. Полученный раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в коническую колбу вместимостью 100 см³, отбрасывая первые порции раствора, предварительно ополоснув ими колбу.

С. 6 ГОСТ 12346—78

В две мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по 20 см³ раствора, если в стали содержится 0,05—0,40 % кремния, или по 10 см³ раствора, если в стали содержится 0,40—0,80 % кремния. В колбы приливают по 50 см³ воды и в одну из них добавляют 10 см³ раствора молибденовокислого аммония. Раствор второй колбы используют в качестве раствора сравнения. Появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о рН 1,3—1,5, необходимом для образования кремнемолибденового комплекса.

Через 15 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония приливают в указанном порядке: по 5 см³ серной кислоты 4:5, по 5 см³ 8 %-ного раствора щавелевой кислоты и по 5 см³ 2 %-ного раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы перемешивают. Растворы доливают водой до метки, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин при (20±4) °С.

Величину оптической плотности растворов измеряют на спектрофотометре при $\lambda = 810$ нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм или на фотоэлектроколориметре при $\lambda = (630 \pm 10)$ нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм.

Количество кремния в миллиграммах с учетом поправки контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.1. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб или стаканов вместимостью 100 см³ помещают по 0,1 г карбонильного железа, приливают по 10 см³ соляной кислоты 1:3 и нагревают, не допуская кипения раствора, 3—5 мин. Приливают по 1 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до полного растворения железа. Затем приливают по 10 мл воды и кипятят 2—3 мин до удаления окислов азота. Растворы охлаждают.

К растворам приливают определенные количества миллилитров стандартного раствора Б кремнекислого натрия, содержащие 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 мг кремния. Седьмая мерная колба или стакан служит для проведения контрольного опыта. При растворении навесок в стаканах растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают водой до меток и перемешивают. Полученные растворы фильтруют через сухие фильтры «белая лента» в конические колбы вместимостью 150—200 мл, отбра-

сывая первые порции раствора, предварительно ополоснув ими колбы.

В две мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по 20 см³ фильтрата, приливают по 50 см³ воды и в одну из них добавляют 10 мл раствора молибденовокислого аммония. Раствор второй колбы используют в качестве раствора сравнения. Появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о рН 1,3—1,5, необходимом для образования кремнемолибденового комплекса.

Через 15 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония приливают при перемешивании в указанном порядке: по 5 см³ серной кислоты 4:5, по 5 см³ раствора щавелевой кислоты и по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Доливают водой до меток, перемешивают и выдерживают 30 мин при (20±4) °С.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при λ = 810 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм или на фотоэлектроколориметре при λ = (630±10) нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим значениям массы кремния строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — масса навески стали, соответствующая аликвотной части раствора, мг;

m_1 — масса кремния, найденная по градуировочному графику, мг.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли кремния указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Погрешность результатов анализа Δ , %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_1	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,05 до 0,1 включ.	0,008	0,010	0,008	0,010	0,005
Св. 0,1 * 0,2 *	0,016	0,020	0,016	0,020	0,010
* 0,2 * 0,5 *	0,020	0,030	0,025	0,030	0,015
* 0,5 * 1,0 *	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
* 1,0 * 2,0 *	0,06	0,08	0,07	0,08	0,04
* 2,0 * 5,0 *	0,10	0,12	0,10	0,12	0,06
* 5,0 * 7,0 *	0,1	0,2	0,2	0,2	0,1

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ (0,10—7,00 %)

3.1. Сущность метода

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

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:10, 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

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

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484.

Кислота хлорная плотностью не менее 1,54 г/см³.

Аммоний роданистый, по ГОСТ 19522, 50 г/дм³; 5 %-ный раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Калий углекислый—натрий углекислый по ГОСТ 4332.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Масса навески и количество кислот, применяемых для ее растворения, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Навеска, г	Количество кислоты, см ³	
		HClO ₄	H ₂ SO ₄ (1:4)
От 0,1 до 0,2	2	30	60
Св. 0,2 * 2	1	30	60
* 2 * 3	0,5	20	40
* 3 * 7	0,25	20	40

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3.2. (Исключен, Изм. № 3).

3.3.3. *Определение кремния в сталях, содержащих до 5 % вольфрама и до 10 % хрома, сернокислотным методом*

Навеску стали (п. 3.3.1) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и приливают серную кислоту, 1:4. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до полного разложения навески. К раствору приливают небольшими порциями 3—5 см³ азотной кислоты, выпаривают при умеренном нагревании до появления паров серной кислоты и нагревают еще 3—5 мин.

Если навеска не растворяется в серной кислоте, ее растворяют в 30—50 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1. Затем приливают 40—60 см³ серной кислоты 1:4, нагревают до появления ее паров и нагревают еще 3—5 мин.

Стакан охлаждают, прибавляют 10 см³ соляной кислоты и осторожно, при перемешивании, приливают небольшими порциями 130—150 см³ горячей воды. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения солей и затем почти до кипения.

Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают горячей соляной кислотой 1:20 до отсутствия в промывной жидкости ионов трехвалентного железа (по реакции с