

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
**РАБОЧИЙ**  
**ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ 12346-78  
(ИСО 439-82, ИСО 4829-1-86)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

---

# **СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

## **МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2009

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ****Методы определения кремния**

Alloyed and high-alloyed steels.  
Methods of silicon determination

**ГОСТ****12346—78****(ИСО 439—82,****ИСО 4829-1—86)**

МКС 77.080.20  
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 КРЕМИНИЯ  
(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.

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

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

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

**2.2. Аппаратура и реактивы**

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.



## С. 2 ГОСТ 12346—78

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

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

Железо карбонильное особой чистоты.

Аммоний молибденокислый по ГОСТ 3765, 5 %-ный раствор, приготовленный из перекристаллизованного реагента.

Перекристаллизация молибденокислого аммония. 250 г реагента растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до 70 °C—80 °C. Осторожно добавляют аммиак до явного запаха. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до 20 °C—25 °C и приливают при перемешивании 300 см<sup>3</sup> 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 реагента 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 °C—1100 °C, помещают в платиновый тигель, прибавляют 2 г углекислого натрия или углекислого калия-натрия, перемешивают, закрывают крышкой и сплавляют при 1000 °C—1100 °C. Тигель охлаждают, ополаскивают снаружи водой, помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 50—60 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения плава.

Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г кремния.

Определение массовой концентрации стандартного раствора А.

Солянокислотный метод. 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> и приливают 20—25 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:1. Раствор в стакане выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 5—7 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха.

Сухой остаток нагревают 1 ч при 130 °C—140 °C. Приливают 8—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают 3—5 мин; приливают 80—100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Сухой остаток нагревают 1 ч при 130 °C—140 °C. К сухому остатку приливают 8—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают 3—5 мин, приливают 80—100 см<sup>3</sup> 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 озолят. Осадок прокаливают при 1000 °C—1100 °C.

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

В обоих случаях осадок в тигле прокаливают до постоянной массы.

Сернокислотный метод. 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 25—30 см<sup>3</sup> серной кислоты 1:2, нагревают до появления ее паров, нагревают еще 3—5 мин, после чего охлаждают. Осторожно прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают 3—5 мин и охлаждают. При перемешивании прибавляют небольшими порциями 80—100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают 3—5 мин и осторожно, при перемешивании, приливают небольшими порциями 80—100 см<sup>3</sup> 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 озолят.

Осадок прокаливают при 1000 °С—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 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и, не давая раствору кипеть, осторожно выпаривают досуха. Остаток в тигле прокаливают при 1000 °С—1100 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

В обоих случаях осадок в тигле прокаливают до постоянной массы.

Массовую концентрацию кремния, г, содержащегося в 1 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>.

Раствор Б готовят перед употреблением. 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3) и 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты при массовой доле кремния до 0,40 % или 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:3) и 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 озолят. Осадок прокаливают при 900 °С — 1000 °С. После охлаждения в эксикаторе содержимое тигля сплавляют с 0,5 г углекислого натрия при 1000 °С — 1100 °С.

Тигель с плавом охлаждают, ополаскивают внешние стенки тигля водой и помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Плав выщелачивают в 20—25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, отбрасывая первые порции раствора, предварительно ополоснув ими колбу.

В две мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 20 см<sup>3</sup> раствора, если в стали содержится 0,05 % — 0,40 % кремния, или по 10 см<sup>3</sup> раствора, если в стали содержится 0,40 % — 0,80 % кремния. В колбы приливают по 50 см<sup>3</sup> воды и в одну из них добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора молибдено-