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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

УДК 669.15—194:546.28.06:006.354 Группа В39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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 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.

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. 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.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1978
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

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

Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, 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 $см^3$ раствора А содержит 0,0001 г кремния.

Определение массовой концентрации стандартного раствора А.

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

Сухой остаток нагревают 1 ч при 130 °С—140 °С. Приливают 8—10 $см^3$ соляной кислоты и нагревают 3—5 мин; приливают 80—100 $см^3$ 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 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Сухой остаток нагревают 1 ч при 130 °С—140 °С. К сухому остатку приливают 8—10 $см^3$ соляной кислоты, нагревают 3—5 мин, приливают 80—100 $см^3$ 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 прокаливают при 1000 °С—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 $см^3$ фтористоводородной кислоты и, не давая раствору кипеть, осторожно выпаривают содержимое тигля 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.

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

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

1 см^3 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^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты (1:3) и 1 см^3 азотной кислоты при массовой доле кремния до 0,40 % или 20 см^3 соляной кислоты (1:3) и 1 см^3 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^3 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 °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^3. Плав выщелачивают в 20—25 см^3 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^3, отбрасывая первые порции раствора, предварительно ополоснув ими колбу.

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

вокислого аммония. Раствор второй колбы используют в качестве раствора сравнения. Появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о pH 1,3—1,5, необходимом для образования кремнемолибденового комплекса.

Через 15 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония приливают в указанном порядке: по 5 см^3 серной кислоты 4:5, по 5 см^3 8 %-ного раствора щавелевой кислоты и по 5 см^3 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 см^3 помещают по 0,1 г карбонильного железа, приливают по 10 см^3 соляной кислоты 1:3 и нагревают, не допуская кипения раствора, 3—5 мин. Приливают по 1 см^3 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 см^3, доливают водой до меток и перемешивают. Полученные растворы фильтруют через сухие фильтры «белая лента» в конические колбы вместимостью 150—200 мл, отбрасывая первые порции раствора, предварительно ополоснув ими колбы.

В две мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 20 см^3 фильтрата, приливают по 50 см^3 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 pH 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 см^3 серной кислоты 4:5, по 5 см^3 раствора щавелевой кислоты и по 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Доливают водой до меток, перемешивают и выдерживают 30 мин при (20 ± 4) °С.

Оптическую плотность 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.

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 $d_к$	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/см^3.

Аммоний роданистый, по ГОСТ 19522, 50 г/дм^3; 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_2SO_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 см^3 и приливают серную кислоту, 1:4. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до полного разложения навески. К

раствору приливают небольшими порциями 3—5 см^3 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 см^3 смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1. Затем приливают 40—60 см^3 серной кислоты 1:4, нагревают до появления ее паров и нагревают еще 3—5 мин.

Стакан охлаждают, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты и осторожно, при перемешивании, приливают небольшими порциями 130—150 см^3 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 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 см^3 соляной кислоты, нагревают 3—5 мин и осторожно, при перемешивании, приливают небольшими порциями 130—150 см^3 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 °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 (при наличии в осадке окислов вольфрама, ниобия и др. добавляют 4—6 капель серной кислоты 1:1), приливают 3—5 см^3 фтористоводородной кислоты и, не давая раствору кипеть, осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Остаток в тигле прокаливают при 1000 °С —1100 °С (если в стали содержится более 0,5 % вольфрама, осадок в тигле прокаливают при 750 °С —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 см^3, приливают 20—30 см^3 смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1 или 40 см^3 смеси соляной кислоты, разбавленной 1:1, и азотной кислоты, разбавленной 3:1, и нагревают до полного разложения навески. Приливают 20—30 см^3 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 см^3 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 см^3 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 °С—1100 °С до постоянной массы. Пос-

ле 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 $см^3$ фтористоводородной кислоты, и не давая раствору кипеть, осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при 1000 °С—1100 °С (если в стали содержится более 0,5 % вольфрама, осадок в тигле прокаливают при 750 °С—800 °С), охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

В обоих случаях осадок прокаливают до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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**

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. **ИЗДАНИЕ (август 2009 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 *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 17.09.2009. Подписано в печать 23.09.2009. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 129 экз. Зак. 594.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6