



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР**

# **ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ**

**МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

**ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80;  
ГОСТ 16412.9—80**

**Издание официальное**

Цена 20 коп.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва**

**РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР**

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

**В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий**

**ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР**

**Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР Г. С. Писаренко**

**УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689**

## ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

## Методы определения кремния

Iron powder. Methods for the determination  
of siliconГОСТ  
16412.3—80Взамен  
ГОСТ 16412.3—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня  
1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07 1981 г.

до 01.07 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический соляно-кислый метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,2% и выше) и фотоколориметрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,1 до 0,5%) в железном порошке.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16412.0—80.

**2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СОЛЯНОКИСЛЫЙ МЕТОД  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении железного порошка в соляной кислоте и выделении образовавшейся кремниевой кислоты в осадок выпариванием раствора досуха.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы лабораторные 2-го класса.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1; 1:2 и 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.



Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75.

### 2.3. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 2 г (при массовой доле кремния от 0,20 до 0,50%) и 1 г (при массовой доле кремния свыше 0,50%) помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 50 мл соляной кислоты (1:1) и растворяют при слабом нагревании в течение 7—10 мин. Добавляют 5 мл азотной кислоты и продолжают нагревание до растворения пробы. Затем к раствору приливают 20—30 мл горячей воды и фильтруют нерастворившийся в кислотах остаток на фильтр средней плотности «белая лента». Осадок промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой (1:50), помещают его в платиновый тигель, высушивают и озоляют.

Тигель охлаждают, добавляют 1 г углекислого натрия, накрывают крышкой и сплавляют при температуре не ниже 1000°C.

Тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 200 мл, прибавляют 20 мл соляной кислоты (1:2) и нагревают до полного растворения плава. Тигель с крышкой извлекают из стакана, ополаскивают водой и присоединяют раствор к основному фильтрату.

Раствор осторожно выпаривают досуха, прокаливая остаток при температуре 130—140°C.

Сухой остаток смачивают 10 мл соляной кислоты и снова выпаривают досуха.

После охлаждения к сухому остатку приливают 10—20 мл соляной кислоты, нагревают в течение 2—3 мин, добавляют 100—150 мл горячей воды и нагревают содержимое стакана до растворения солей.

Горячий раствор с осадком кремниевой кислоты быстро фильтруют на два фильтра «белая лента».

Осадок промывают горячей соляной кислотой (1:50) до отрицательной реакции промывных вод на железо (по реакции с раствором роданистого калия) и затем 2—3 раза водой. Фильтр с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 1000—1100°C до постоянной массы.

Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают 3—5 каплями воды, добавляют 2—3 капли серной кислоты, 3—5 мл фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре 1000—1100°C до постоянной массы.

### 2.4. Обработка результатов

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  $m_1$  — масса тигля с осадком двуокиси 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, г;

$m_4$  — масса тигля с остатком контрольного опыта после обработки фтористоводородной кислотой, г;

0,4674 — коэффициент пересчета с двуокиси кремния на кремний;

$m$  — масса навески железного порошка, г.

2.5. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице (см. п. 3.5).

### 3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции образования желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты, восстановления этого соединения аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Влияние фосфорномолибденового комплекса и ионов Fe (III) устраняют добавлением лимонной кислоты.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

Фотоколориметр ФЭК-56 или аналогичного типа, обеспечивающий такую же погрешность измерений.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:5, 1:20 и 1:200.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 4:5.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 8%-ный раствор.

Аммоний молибденовоокислый по ГОСТ 3765—78, 5%-ный раствор, приготовленный из перекристаллизованного реактива. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 10%-ный раствор.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76, 2%-ный раствор; готовят непосредственно перед употреблением.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Натрий кремнекислый, стандартный раствор; 0,2139 г двуокиси кремния, предварительно прокаленной до постоянной массы при температуре 1000—1100°C, помещают в платиновый тигель, прибавляют 2 г углекислого натрия, закрывают платиновой крышкой и сплавляют при температуре 1000—1100°C. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 50 мл воды и нагревают до полного растворения плава. Раствор кремнекислого натрия фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 л. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой. Раствор в колбе охлаждают, добавляют 20 мл раствора гидроокиси натрия, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор кремнекислого натрия хранят в полиэтиленовой посуде.

1 мл раствора содержит около 0,0001 г кремния.

Устанавливают титр стандартного раствора кремнекислого натрия: 100 мл раствора помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 5—7 мл соляной кислоты. снова выпаривают досуха и нагревают в течение 1 ч при температуре 130—140°C. Приливают 10—15 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, 100 мл горячей воды и нагревают до кипения. Кремниевую кислоту отфильтровывают на два фильтра «белая лента». Осадок промывают 5 раз горячей соляной кислотой (1:20) и еще 2 раза горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при температуре 1000—1100°C. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 2—3 капли серной кислоты, 3—5 мл фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля досуха. Остаток в тигле прокаливают при температуре 1000—1100°C, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Титр раствора ( $T$ ), выраженный в граммах кремния, вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса тигля с осадком двуокиси 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 двуокиси кремния на кремний;

100 — объем стандартного раствора, взятый для анализа, мл.

Железо карбонильное, ос. ч.

### 3.3. Проведение анализа

Массу навески железного порошка 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 20 мл соляной кислоты (1:5), нагревают 5—7 мин, не доводя до кипения. Затем приливают 1 мл азотной кислоты и продолжают нагревать до полного растворения навески. Приливают 20 мл воды и кипятят 7—10 мин до полного удаления окислов азота. Не растворившийся в кислотах остаток отфильтровывают на фильтр «синяя лента».

Стакан протирают кусочком фильтра и споласкивают водой. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1:200. Фильтрат сохраняют (раствор А). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Затем прибавляют 0,5 г углекислого натрия и сплавляют в течение 15 мин при температуре не ниже 1000°C. Тигель охлаждают, помещают в стакан, в котором проводилось растворение навески, приливают 15 мл соляной кислоты (1:5) и нагревают до полного растворения плава. Тигель вынимают, ополаскивают водой; раствор охлаждают, присоединяют к раствору А, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в коническую колбу вместимостью 100 мл, отбрасывая первые порции фильтрата, предварительно ополоснув ими колбу.

Отбирают аликвотную часть раствора 10 мл, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 50 мл воды и 10 мл раствора молибденовокислого аммония. Появление осадка или легкой опалесценции при добавлении молибденовокислого аммония свидетельствует о кислотности раствора, необходимой для образования кремнемolibденового комплекса. Через 10 мин после добавления раствора молибденовокислого аммония приливают 5 мл серной кислоты (4:5), 5 мл раствора лимонной кислоты и 5 мл раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы перемешивают. Полученный раствор доливают водой до метки, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Величину оптической плотности раствора измеряют на фотоколориметре с красным светофильтром ( $\lambda_{\text{max}}=610$  нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют аликвотную часть раствора анализируемой пробы, в которую добавляют все реактивы, кроме молибденовокислого аммония.

Массовую долю кремния с учетом поправки контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

### 3.4. Построение градуировочного графика

В пять стаканов вместимостью 200 мл помещают по 0,2 г карбонильного железа. Приливают 20 мл соляной кислоты (1:5), нагревают 2—3 мин и приливают 1 мл азотной кислоты. Добавляют 20 мл горячей воды и кипятят в течение 7—10 мин для удаления окислов азота. В стаканы приливают 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора кремнекислого натрия, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5% кремния при навеске массой 0,2 г и аликвотной части раствора пробы 10 мл. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

В мерные колбы вместимостью 100 мл помещают 10 мл раствора, приливают 50 мл воды, добавляют 10 мл раствора молибденовокислого аммония. Через 10 мин прибавляют 5 мл серной кислоты (4:5), 5 мл раствора лимонной кислоты и 5 мл раствора аскорбиновой кислоты. После добавления каждого реактива растворы перемешивают. Затем растворы доливают водой до метки, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин.

Величину оптической плотности растворов измеряют на фотоколориметре с красным светофильтром ( $\lambda=610$  нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

Шестая колба служит для приготовления раствора сравнения, который проводят через все стадии анализа, к раствору добавляют все реактивы, кроме молибденовокислого аммония.

По полученным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им значениям концентраций кремния строят градуировочный график.

3.5. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,10	0,01
Св. 0,10 " 0,20	0,02
" 0,20 " 0,50	0,03
" 0,50 " 1,00	0,04
" 1,00 " 2,00	0,07



## СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа . . . . .	1
ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа . . .	3
ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . .	8
ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . .	16
ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . .	22
ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . .	28
ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . .	35
ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . .	39
ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца . . . . .	48

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *А. Г. Каширин*  
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 л. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021