

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения хрома

Hard-facing materials.
Method of chromium determination

ГОСТ
11930.4-79*

Взамен
ГОСТ 11930-66
в части разд. 2

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262 срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает объемный метод определения хрома (при массовой доле хрома от 12 до 88%) в наплавочных материалах.

Метод основан на окислении хрома до шестивалентного персульфатом аммония в присутствии нитрата серебра в качестве катализатора. Определение хрома заканчивают титрованием раствора шестивалентного хрома раствором соли Мора в присутствии индикатора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11930.0-79.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:4.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478-75.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Натрия перекись.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

Натрий углекислый по ГОСТ 84-76, 0,2%-раствор.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3-85).



Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,5%-ный раствор.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, 0,1 н. раствор. Титр раствора соли Мора устанавливают по 0,1 н. раствору калия двуххромовокислого.

Калий двуххромовокислый, 0,1 н. раствор; готовят из фиксанала.

Фенилантраниловая кислота, 0,2%-ный раствор; готовят раствором в 0,2%-ном растворе углекислого натрия.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Хром в прутках для наплавки и порошках из сплавов для наплавки определяют в фильтрате, полученном после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают 50 см³ анализируемого раствора в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, и 2 см³ ортофосфорной кислоты. Для окисления хрома вводят 2 см³ 0,5%-ного раствора нитрата серебра, 1—2 г персульфата аммония.

Раствор в колбе разбавляют водой до 150 см³ и кипятят приблизительно 10 мин.

Для материалов, содержащих марганец, добавляют еще 1 г персульфата аммония, если раствор не окрасился в малиновый цвет, и вновь кипятят 5—10 мин. Затем колбу снимают с плитки, добавляют 1—2 г хлорида натрия до перехода окраски раствора в желтый цвет и снова кипятят 5 мин для удаления хлора. После охлаждения раствора хром титруют раствором соли Мора в присутствии 0,5 см³ 0,2%-ного раствора фенилантраниловой кислоты до перехода окраски из малиновой в зеленую.

3.2. Для смесей марок БХ, КБХ и бориды хрома навеску массой 0,1 г растворяют в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 2 см³ азотной кислоты и выпаривают раствор дважды до слабых паров серной кислоты. Если навеска полностью не растворяется, то раствор фильтруют (фильтрат сохраняют) и досплавляют нерастворившуюся часть навески с углекислым натрием при 900—950°C. Плав выщелачивают водой, подкисленной серной кислотой, и присоединяют к фильтрату. Анализируемый раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Для определения хрома отбирают 50 см³ анализируемого раствора в коническую колбу вместимостью 250—300 см³ и приливают 3 см³ серной кислоты, 2 см³ ортофосфорной кислоты, разбавляют водой до 150 см³, вводят 2 см³ 0,5%-ного раствора азотнокислого серебра, 2—3 г надсерноокислого аммония и кипятят до полного его разрушения. Охлажденный раствор титруют, как указано в п. 3.1.

3.3. Для карбида хрома навеску массой 0,1 г сплавляют в железном, никелевом или стеклоуглеродном тигле с 5—8 г смеси углекислого натрия и перекиси натрия (1:2) при 600—650°C в течение 15 мин. После охлаждения шлав выщелачивают водой и переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Для определения хрома часть раствора фильтруют в сухой стакан. Отбирают 50 см³ анализируемого раствора, нейтрализуют серной кислотой и приливают 5 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор выпаривают до паров серной кислоты, приливают 2 см³ ортофосфорной кислоты, разбавляют водой до 120—150 см³ и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю хрома (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{VT V_2 \cdot 100}{V_1 m},$$

где V — объем соли Мора, израсходованный на титрование хрома, см³;

T — титр раствора соли Мора, выраженный в г/см³ хрома;

V_2 — объем анализируемого раствора, см³;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля хрома, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|------------------------|---------------------------------------|
| От 12 до 20 | 0,15 |
| Св. 20 » 40 | 0,30 |
| Св. 40 » 88 | 0,50 |

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 11930.4—79 Материалы наплавочные. Метод определения хрома

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3905

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Заменить значения: «от 12 до 88 %» на «от 5 до 88 %».

Раздел 2. Заменить слова: «0,2%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,2 %»; «0,5%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %».

Пункт 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Хром в сплавах, не содержащих ванадия, определяют в фильтрате, полученном после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79»;

заменить слова: «0,5 %-ного раствора» на «раствора с массовой долей 0,5 %»; «0,2%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 0,2 %».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «марок БХ, КБХ» на «порошков для наплавки»;

заменить слова: «0,5%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 0,5 %».

(Продолжение см. с. 46)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11930.4--79)

Пункт 4.1. Заменить слово: «титр» на «массовую концентрацию».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

| Массовая доля хрома, % | Допускаемые расхождения трех параллельных определений, % | Допускаемые расхождения результатов анализа, % |
|-------------------------|--|--|
| От 5,00 до 20,00 включ. | 0,15 | 0,20 |
| Св. 20,00 » 40,00 » | 0,30 | 0,40 |
| » 40,00 » 88,00 » | 0,50 | 0,75 |

(ИУС № 3 1990 г.)