ГОСТ 11930.3—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.28.06:006.354 Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения кремния

Hard-facing materials.
Method of silicon determination

ГОСТ
11930.3—79

Взамен
ГОСТ 11930—66
в части разд. 4

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает весовой метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,2 до 10 %) в наплавочных материалах.

Метод основан на способности кремния в результате кислого гидролиза выделяться в осадок в виде малорастворимой кремниевой кислоты. Полученный осадок прокаливают и обрабатывают плавиковой кислотой в присутствии небольшого количества серной кислоты. В этих условиях кремний образует летучие соединения фторида кремния.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Аналитические весы типов ВЛА-200М, АДВ-200 или любого другого типа, обеспечивающие взвешивание с погрешностью не более 0,0002 г.

Тигли платиновые № 7 по ГОСТ 6563—75.

Тигли железные, никелевые или стеклоуглеродные.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4 и 1:99.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий пиросернокислый или калий пероокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрия перекись.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1 Для порошков на основе никеля

Навеску сплава массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 200—300 см³ и растворяют в 40 см³ соляной кислоты. После растворения основной части навески приливают 10 см³ серной кислоты и раствор дважды упаривают водой до 70—100 см³, нагревают до 70—80 °С и фильтруют на фильтре средней плотности, содержащей небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок и стакан промывают 5—8 раз теплой серной кислотой (60—70 °С), разбавленной 1:99, и три раза дистиллированной водой.

Фильтрат и промывные воды сохраняют.

Промытый осадок на фильтре помещают в платиновый тигель, подсушивают, осторожно озоляют и прокаливают при температуре 1000—1100 °С до постоянной массы. Взвешенный осадок обрабатывают фтористоводородной и серной кислотами. Для этого приливают в платиновый тигель 2—3 капли серной кислоты, 3—5 см³ фтористоводородной кислоты, осторожно выпаривают досуха, затем прокаливают при температуре 1000—1100 °С до постоянной массы.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов кремнием. Если после отгонки кремния в тигле остается осадок, то его досплавляют с углекислым натрием при 900—950 °С или пиросернокислым натрием при 650—700°С. Плав выщелачивают в фильтрате, полученном после отделения кремния, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Раствор сохраняют для определения хрома, марганца, никеля, железа и фосфора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Для прутков для наплавки и порошков из сплавов для наплавки

Навеску пробы массой, приведенной в табл. 1, помещают в стакан вместимостью 200—300 см³ и растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4. После растворения основной части навески приливают 1 см³ азотной кислоты и раствор дважды выпаривают до слабых паров серного ангидрида. Раствор разбавляют дистиллированной водой и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

Примечание. Для сплавов, содержащих вольфрам, осадок прокаливают при 750—800 °С.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Навеска	H_2SO_4 (1 : 4)
От 0,2 до 2 включ.	0,5	60
Св. 2 » 3 »	0,3	50
» 3 » 4,5 »	0,2	40
» 4,5 » 6 »	0,1	40
» 6 » 10 »	0,1	40

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. (Исключен, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{[(m - m_1) - (m_2 - m_3)]\,V \cdot 0{,}4672 \cdot 100}{m_4 V_1},$$

где m – масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_1 – масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 – масса тигля с осадком, полученным в контрольном опыте, до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_3 – масса тигля с осадком, полученным в контрольном опыте, после обработки фтористоводородной кислотой, г;

V – разбавление анализируемого раствора, см³;

V_1 – аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_4 – масса навески, г;

0,4672 – коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний.

4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,20 до 1,00 включ.	0,05	0,10
Св. 1,00 » 2,00 »	0,10	0,15
» 2,00 » 4,50 »	0,15	0,20
» 4,50 » 10,00 »	0,20	0,30

(Измененная редакция, Изм. № 2).