ГОСТ 11930.4—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.76.06:006.354 Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения хрома

Hard-facing materials.
Method of chromium determination

ГОСТ 11930.4—79

Взамен ГОСТ 11930—66 в части разд. 2

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 объемный метод определения хрома (при массовой доле хрома от 5 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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 надсернокислый 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, раствор с массовой долей 0,2 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 0,5 %.

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

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

Фенилантраниловая кислота, раствор с массовой долей 0,2 %; готовят растворением в растворе с массовой долей 0,2 % углекислого натрия.

(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. Хром в сплавах, не содержащих ванадия, определяют в фильтрате, полученном после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см^3 отбирают 50 см^3 анализируемого раствора в коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, приливают 15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, и 2 см^3 ортофосфорной кислоты. Для окисления хрома вводят 2 см^3 раствора с массовой долей 0,5 % нитрата серебра, 1—2 г персульфата аммония.

Раствор в колбе разбавляют водой до 150 см^3 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 см^3 раствора с массовой долей 0,2 % фенилантраниловой кислоты до перехода окраски из малиновой в зеленую.

3.2. Для смесей марок порошков для наплавки и борида хрома навеску массой 0,1 г растворяют в 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 2 см^3 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 °С. Плав выщелачивают водой, подкисленной серной кислотой, и присоединяют к фильтрату. Анализируемый раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

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

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

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 °С в течение 15 мин. После охлаждения плав выщелачивают водой и переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Для определения хрома часть раствора фильтруют в сухой стакан. Отбирают 50 см^3 анализируемого раствора, нейтрализуют серной кислотой и приливают 5 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор выпаривают до паров серной кислоты, приливают 2 см^3 ортофосфорной кислоты, разбавляют водой до 120—150 см^3 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, см^3;

T — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см^3 хрома;

V_2 — объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески, г.

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

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru