

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения кремния

Hard-facing materials.
Method of silicon determinationГОСТ
11930.3-79*Взамен
ГОСТ 11930-66
в части разд. 4

ОКСТУ 1709

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

с 01.07.83

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 весовой метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,5 до 4,5%) в наплавочных материалах.

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

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.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена.

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

19



2417-95
 К1
 74

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий пироксернокислый по ГОСТ 10575—76.

Натрия перекись.

(Исключен, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для смеси порошков для наплавки марок С-2М и ФБХ6-2.

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200—300 см³ и растворяют в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, с последующим добавлением 5 см³ азотной кислоты. Разбавляют водой и отфильтровывают нерастворившуюся часть навески. Фильтр промывают водой, подогретой до 60—80°C, 6—8 раз (фильтрат и промывные воды сохраняют), сжигают и досплавливают в платиновом тигле с углекислым натрием при 900—950°C или пироксернокислым натрием при 650—700°C. Плав выщелачивают в воде, присоединяют к фильтрату, приливают 10 см³ серной кислоты и раствор выпаривают дважды до слабых паров серного ангидрида.

Охлажденный сернокислый раствор разбавляют водой до 70—100 см³, нагревают до 70—80°C и фильтруют на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок и стакан промывают 5—8 раз теплой серной кислотой (60—70°C), 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°C 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°C 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 досплавливают с углекислым натрием при 900—950°C или пироксернокислым натрием при 650—700°C. 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).

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

Навеску пробы массой 0,3 г 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 сернистого ангидрида. Раствор разбавляют дистиллированной водой и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

Примечание. Для сплавов, содержащих вольфрам, осадок прокалывают при 750—800°C.

3.3. Для смеси порошков для наплавки марок БХ и КБХ

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродный тигель и сплавляют с 5—8 г смеси перекиси натрия и углекислого натрия (2:1) при 600—650°C. Плав выщелачивают водой, переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Для определения кремния раствор фильтруют и отбирают 150 см³ анализируемого раствора в стакан вместимостью 300 см³; нейтрализуют раствором соляной кислоты и вводят 15 см³ в избыток. Раствор выпаривают досуха, прибавляют 15 см³ соляной кислоты и еще раз выпаривают досуха. Приливают в стакан 20 см³ соляной кислоты, 100—150 см³ дистиллированной воды, нагревают до температуры 60—70°C и отфильтровывают выделившуюся кремниевую кислоту на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок и стакан промывают 5—8 раз соляной кислотой, разбавленной 1:99, и нагретой до 50°C, и три раза дистиллированной водой. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,5 до 1	0,05
Св. 1 » 2	0,10
» 2 » 4,5	0,15

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «от 0,5 до 4,5 %» на «от 0,2 до 10 %».

Раздел 2. Девятый абзац изложить в новой редакции: «Натрий пироксерни-кислый или калий пероксерни-кислый по ГОСТ 7172—76».

Пункт 3.1. Наименование, первый, второй абзацы изложить в новой редак-ции: «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—6 раз теплой серной кислотой (60—70 °С), разбавлен-ной 1:99, и три раза дистиллированной водой».

Пункт 3.2. Заменить значение: 0,3 г на «приведенной в табл. 1»;
дополнить таблицей — 1:

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Навеска	H ₂ SO ₄ (1:4)
От 0,2 до 2 включ.	0,5	60
Св. 2 » 3 »	0,9	50
» 3 » 4,5 »	0,2	40
» 4,5 » 6 »	0,1	40
» 6 » 10 »	0,1	40

(Продолжение см. с. 44)

Пункт 3.3 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность наибольшего и меньшего 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

(ИУС № 3 1990 г.)