

ГОСТ 11930.3-79

Группа В09

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

**МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ**

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ**

**HARD-FACING MATERIALS. METHOD OF SILICON DETERMINATION**

МКС 25.160.20  
ОКСТУ 1709

Дата введения 1980-07-01

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. N 982 дата введения установлена 01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу N 4-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

ВЗАМЕН ГОСТ 11930-66 в части разд.4

ИЗДАНИЕ (август 2011 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3-85, 3-90)

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. N 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 N 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 пироксернистый или калий пероксернистый по ГОСТ 7172-76.

Натрия перекись.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Для порошков на основе никеля

Навеску сплава массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 200-300 см<sup>3</sup> и растворяют в 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты. После растворения основной части навески приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и раствор дважды упаривают водой до 70-100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 пироксернистым натрием при 650-700 °С. Плав выщелачивают в фильтрате, полученном после отделения кремния, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

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

(Измененная редакция, Изм. N 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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4. После растворения основной части навески приливают 1 см<sup>3</sup> 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 <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (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. N 2).

3.3. (Исключен, Изм. N 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  - аликвотная часть анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m_4$  - 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. N 2).

Электронный текст документа  
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:  
официальное издание  
Сварка, пайка и термическая резка  
металлов. Часть 8. Материалы  
наплавочные: Сб. ГОСТов. -  
М.: Стандартинформ, 2011