

ГОСТ 11930.4-79

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

---

# МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2011



## М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

## МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

## Метод определения хрома

Hard-facing materials.  
Method of chromium determination

МКС 25.160.20  
ОКСТУ 1709

ГОСТ  
11930.4—79

Взамен  
ГОСТ 11930—66  
в части разд. 2

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

Раствор в колбе разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора с массовой долей 0,2 % фенилантраниловской 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<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор дважды до слабых паров серной кислоты. Если навеска полностью не растворяется, то раствор фильтруют (фильтрат сохраняют) и доспавливают 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<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Для определения хрома отбирают 50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора в коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> и приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты, 2 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>, вводят 2 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Для определения хрома часть раствора фильтруют в сухой стакан. Отбирают 50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора, нейтрализуют серной кислотой и приливают 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор выпаривают до паров серной кислоты, приливают 2 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, разбавляют водой до 120—150 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$T$  — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см<sup>3</sup> хрома;

$V_2$  — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — аликовтная часть анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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).