

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
 Методы определения азота

Metallic chrome.
 Methods for determination of nitrogen

ГОСТ
13020.7-85

[СТ СЭВ 4508-84]

Взамен
 ГОСТ 13020.7-67

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1412 срок действия установлен

с 01.07.86
 до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и с применением автоматических анализаторов методы определения азота в металлическом хrome (при массовой доле азота от 0,002 до 0,06 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4508-84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0-75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916-79.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

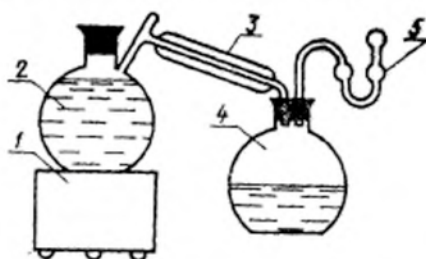
2.1. Сущность метода

Метод основан на переводе азота, находящегося в металлическом хrome в виде химически связанного и в атомарном состоянии, в аммонийные соли. Азот отгоняют в виде аммиака дистиляцией из щелочного раствора. Выделяющийся при этом аммиак поглощают раствором борной кислоты. Образовавшийся борат аммония титруют раствором серной кислоты в присутствии смеси индикаторов.

281-95
 3



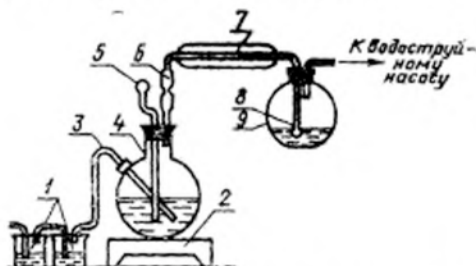
2.2. Аппаратура, реактивы и растворы
Установка для получения бидистиллята (черт. 1).



1—электроплитка; 2—дистилляционная колба; 3—холодильник; 4—колба-приемник; 5—предохранительная воронка

Черт. 1

Установка для определения азота (черт. 2).



1—склянки, заполненные водой и серной кислотой; 2—электроплитка; 3—стеклянная трубка диаметром 6—7 мм; 4—двугорловая колба вместимостью 1 дм³; 5—воронка; 6—кварцевый дефлегматор; 7—кварцевый холодильник; 8—кварцевый барботер; 9—колба приемника дистиллята

Черт. 2

Допускается применение установок другого типа.

Вода бидистиллированная или деионированная.

При вторичной перегонке в дистиллированную воду добавляют 10 см³ серной кислоты (1:4) и несколько кристаллов марганцовокислого калия до получения устойчивой окраски раствора в течение всего времени перегонки.

Очищенную воду проверяют на присутствие в ней ионов аммония реактивом Нesslerа: к 50 см³ полученной воды приливают 0,25 см³

15 %-ного раствора гидроокиси калия и 0,5 см³ реактива Несслера. Если вода не окрасилась в желтый цвет, она может быть использована для анализа.

Воду хранят в стеклянной бутылки с притертой пробкой.

Бидистиллированную воду, очищенную от ионов аммония, следует применять в ходе анализа и для приготовления всех растворов, используемых для определения содержания азота.

Для перегонки воды применяют установку, представленную на черт. 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота хлорная, 42 или 57 %-ный раствор.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый, 10-водный по ГОСТ 4199—76, перекристаллизованный: 150 г тетраборнокислого натрия растворяют при температуре не выше 60 °С в 300 см³ воды и полученный раствор фильтруют через складчатый фильтр в фарфоровую чашку, охлаждаемую льдом или водой до 5 °С. Непрерывно помешивая фильтрат стеклянной палочкой, получают препарат в виде тонкой кристаллической массы. Кристаллы отсасывают, промывают небольшим количеством холодной воды, затем высушивают на воздухе 2—3 дня и сохраняют в закрытой посуде.

Кислота борная по ГОСТ 18704—78, 2 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4, 1:100 и раствор молярной концентрацией эквивалента $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³, приготовленный из фиксанала соответствующим разбавлением водой.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты устанавливают по тетраборнокислому или углекислому натрию.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ по тетраборнокислому натрию устанавливают следующим образом: навеску тетраборнокислого натрия массой 0,1000 г растворяют в 50 см³ воды и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 10 см³ раствора переносят в колбу вместимостью 250 см³ приливают 150 см³ воды, прибавляют несколько капель смеси индикаторов и титруют раствором серной кислоты $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ по углекислому натрию устанавливают следующим образом: навеску углекислого натрия массой 0,1000 г растворяют в 50 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 5 см³ раствора переносят в колбу вместимостью 250 см³, приливают 150 см³ воды, прибавляют несколько капель смеси

индикаторов и титруют раствором серной кислоты $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты (c) по азоту, выраженную в г/см³, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m_2 \cdot 28}{V_2 m_1},$$

где m_2 — масса навески, соответствующая аликвотной части растворов тетраборнокислого или углекислого натрия, г;

28 — молекулярная масса азота;

V_2 — объем раствора серной кислоты, израсходованной на титрование, см³;

m_1 — молекулярная масса тетраборнокислого натрия, равная 381,38, или углекислого натрия, равная 106.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 40 %-ный раствор: в колбу вместимостью 5 дм³ помещают 1 кг гидроокиси натрия, 10—20 г цинка, 2—3 г медной проволоки и приливают 2,7 дм³ воды. Раствор кипятят до тех пор, пока его объем не достигнет 2,5 дм³. Раствор хранят в закрытых полиэтиленовых бутылках.

Метиленовый голубой.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51.

Смесь индикаторов: 0,125 г метилового красного и 0,083 г метиленового голубого растворяют в 100 см³ этилового спирта.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Цинк металлический гранулированный.

Медь металлическая в виде проволоки.

Натрий сернистый по ГОСТ 6053—77.

Медь (II) сернистая 5-водная по ГОСТ 4165—78.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Ртуть йодная.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, 15 %-ный раствор. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Реактив Нesslerа: 12,5 г йодистого калия растворяют в 15 см³ воды, к раствору прибавляют 17,5 г йодистой ртути и перемешивают до полного растворения красного осадка. К полученному раствору приливают 445 см³ раствора гидроокиси калия, перемешивают и дают отстояться осадку в течение 3 дней. Прозрачный раствор декантируют и хранят в склянке из темного стекла.

Приготовление, хранение растворов и реактивов, а также проведение анализа следует осуществлять в помещениях, атмосфера которых свободна от аммонийных солей и окислов азота.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Первый (холостой) отгон проводят для очистки системы (см. черт. 2). С этой целью подают воду в холодильник 7 и подключают водоструйный насос. В реакционную колбу наливают 100 см³