

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения хрома

Alloyed and high-alloyed steels.  
Methods of chromium determination

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 ноября 1978 г. № 3081 срок введения установлен

ГОСТ 12350—78\*

(СТ СЭВ 961—78)

Взамен

ГОСТ 12350—66,  
кроме общих указаний

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 15.08.84 № 2877 срок действия продлен

до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения хрома (при массовых долях от 0,01 до 0,50%), титриметрический метод определения хрома (при массовых долях от 0,20 до 35,0%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 961—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА [0,01—0,50%]

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении дифенилкарбазида хромом (VI) в сернокислой среде до окрашенного в красно-фиолетовый цвет соединения и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 546 нм.

Железо, никель, марганец и другие элементы, мешающие анализу, отделяют осаждением углекислым натрием.

### 2.2. Аппаратура и реактивы

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



\* Переиздание шоль с Изменениями 1, 2, утвержденными в декабре 1980 г., августе 1984 г. (ИУС 3—81; 11—84).

Фотоэлектроколориметр и спектрофотометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14265—79 и разбавленная 1:1, 1:4.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 1%-ный раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, 20%-ный раствор.

Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, 0,1 %-ный свежеприготовленный раствор, 0,1 г дифенилкарбазида растворяют в 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, приливают 90 см<sup>3</sup> воды и перемешивают.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, стандартные растворы А и Б.

Приготовление раствора А. 0,2829 г свежеперекристаллизованного и высушенного при 170—180°C до постоянной массы двухромовокислого калия растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г хрома.

Приготовление раствора Б. 200 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,00002 г хрома.

### 2.3. Проведение анализа

Навеску стали 0,2 г при массовой доле хрома от 0,01 до 0,3 % и 0,1 г при массовой доле хрома выше 0,3 до 0,5% помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и умеренно нагревают до растворения. Затем приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и избыток 2—3 см<sup>3</sup>. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, осторожно приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты 1:1 и выпаривают до появления ее паров. По охлаждении приливают 25—30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. В горячий раствор приливают 2 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия кипятят до полного выпадания осадка двуокиси марганца и разбавляют водой до 40—50 см<sup>3</sup>. Затем осторожно, небольшими порциями, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия. Раствор с осадком нагревают до коагуляции осадка, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор отфильтровывают через два сухих фильтра «белая лента» в колбу, первые порции фильтрата отбрасывают.

Аликвотную часть раствора 50 см<sup>3</sup> при массовой доле хрома от 0,01 до 0,05% или 10 см<sup>3</sup> при массовой доле хрома выше 0,05 до 0,5% помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты 1:4. Раствор перемешивают, приливают 5 см<sup>3</sup>

раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают. Если в стали содержится ванадий, растворы после прибавления раствора дифенилкарбазида выдерживают в течение 15 мин.

Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при  $\lambda=546$  нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 530—550 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм, используя в качестве раствора сравнения воду.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитывают значение оптической плотности раствора контрольного опыта. Содержание хрома определяют по градуировочному графику.

Построение градуировочного графика.

В шесть мерных колб вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают последовательно 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, содержащих 0,04; 0,08; 0,12; 0,16; 0,20 и 0,24 мг хрома. Раствор в каждой колбе доливают водой до метки и перемешивают.

Из каждой мерной колбы отбирают три аликвотные части раствора по 25 см<sup>3</sup> и помещают в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В каждую колбу приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты 1:4, 5 см<sup>3</sup> 0,1%-ного раствора дифенилкарбазида, перемешивают, доливают водой до метки и вновь перемешивают. Через 5 мин оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при  $\lambda=546$  нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 530—550 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Для приготовления раствора сравнения в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают 25—30 см<sup>3</sup> воды, 3 см<sup>3</sup> серной кислоты 1:4 и 5 см<sup>3</sup> 0,1%-ного раствора дифенилкарбазида, перемешивая раствор после прибавления каждого реагента. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им концентрациям хрома строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю хрома ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

где  $m$ —масса навески стали, соответствующая аликвотной части раствора, мг;

$m_1$ —масса хрома, найденная по градуировочному графику, мг.  
(Измененная редакция, Изм. №2).

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения между крайними из трех параллельных результатов при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА [0,20—35,0 %]

#### 3.1. Сущность метода

Хром (III) окисляют надсернокислым аммонием до хрома (VI) в кислой среде в присутствии азотнокислого серебра. Хромовую кислоту титруют раствором соли железа (II) и устанавливают конечную точку потенциометрически или визуально методом обратного титрования. В последнем случае избыток железа (II) оттитровывают раствором марганцовокислого калия.

Присутствующий в растворе ванадий после окисления титруют потенциометрически раствором соли железа (II) и учитывают при расчете массовой доли хрома.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3.2. Аппаратура и реактивы

Установка для потенциометрического титрования:

пара электродов: индикаторный платиновый электрод и электрод сравнения — каломельный, хлорсеребряный или вольфрамовый;

магнитная мешалка;

милливольтметр постоянного тока или pH-метр, позволяющие четко фиксировать скачок потенциала в конечной точке при титровании с выбранной парой электродов. При необходимости к прибору последовательно подключают переменное сопротивление, которое позволяет производить измерения в пределах шкалы прибора.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14265—79 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:20.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот: к 720 см<sup>3</sup> воды осторожно, при непрерывном перемешивании, приливают 200 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, приливают 80 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и перемешивают.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,2%-ный раствор.

Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) по ГОСТ 20478—75, 25%-ный раствор.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77, 0,5%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 5%-ный раствор.