

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И  
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ****Методы определения хрома****ГОСТ****11739.21—90**Aluminum casting and wrought alloys  
Methods for determination of chromium

ОКСТУ 1709

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

Срок действия с 01.07.91

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле хрома от 0,1 до 1,0%), фотометрические (при массовой доле хрома соответственно от 0,05 до 1,0% и от 0,001 до 0,15%), атомно-абсорбционный (при массовой доле хрома от 0,01 до 1,0%) методы определения хрома

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

**2 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА****2.1 Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси серной и азотной или в смеси ортофосфорной, азотной и серной кислот, окислении хрома до шестивалентного надсернокислым аммонием в присутствии катализатора — азотнокислого серебра и титровании хромовой кислоты раствором сульфата закисного железа в присутствии фенилантраниловой кислоты или дифениламина в качестве индикатора.

**2.2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Шкаф сушильный с терморегулятором.



Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, плотностью 1,70 г/см<sup>3</sup>.

Смесь кислот А: к 100 см<sup>3</sup> воды приливают 200 см<sup>3</sup> серной кислоты и после охлаждения — 200 см<sup>3</sup> азотной кислоты, смесь осторожно перемешивают.

Смесь кислот Б: 500 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты смешивают с 400 см<sup>3</sup> азотной и 100 см<sup>3</sup> серной кислоты.

Марганец сернокислый 5-водный по ГОСТ 435.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (0,007355 г/см<sup>3</sup> —  $T_1$ ): 7,3548 г перекристаллизованного двухромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают раствор.

Для перекристаллизации 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды при нагревании до кипения раствора Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Раствор охлаждают ледяной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре (102 ± 2)°С, измельчают и окончательно высушивают при температуре (200 ± 5)°С в течение 10—12 ч.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. 40 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 800 см<sup>3</sup> и растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают раствор.

Для установления массовой концентрации соли Мора по хрому ( $T$ ) в две конические колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия, добавляют до 150 см<sup>3</sup> воды, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, 3 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, перемешивают, добавляют шесть капель фенилантраниловской кислоты или пять капель дифениламина и титруют раствором соли Мора до перехода малиновой окраски раствора в зеленую или фиолетовую в зеленую.

Массовую концентрацию соли Мора по хрому ( $T$ ), г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$T = \frac{T_1 \cdot V_1 \cdot 0,3535}{V}, \quad (1)$$

где  $T_1$  — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия,  $\text{г}/\text{см}^3$ ;  
 $V_1$  — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ ;  
 $V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование двухромовокислого калия,  $\text{см}^3$ ,  
0,3535 — коэффициент пересчета массы двухромовокислого калия на массу хрома.

### Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантраниловая по ТУ 6—09—3501, раствор 2  $\text{г}/\text{дм}^3$ : 0,2 г фенилантраниловой кислоты и 0,2 г углекислого натрия растворяют в 50  $\text{см}^3$  воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100  $\text{см}^3$ , доливают водой до метки и перемешивают.

Дифениламин по ГОСТ 5825, раствор 5  $\text{г}/\text{дм}^3$  в концентрированной серной кислоте.

### 2.3 Проведение анализа

2.3.1 Навеску пробы массой 2 г помещают в коническую колбу вместимостью 500  $\text{см}^3$ , приливают 50  $\text{см}^3$  смеси кислот А и растворяют при умеренном нагревании. При анализе сплавов, содержащих более 1% кремния, пробу растворяют в 50  $\text{см}^3$  смеси кислот Б.

После растворения пробы приливают 200  $\text{см}^3$  горячей воды, растворяют соли и охлаждают раствор. Затем приливают 10  $\text{см}^3$  раствора азотнокислого серебра и 25  $\text{см}$  раствора надсернокислого аммония, нагревают содержимое колбы до кипения и кипятят до появления малиновой окраски, указывающей на полноту окисления хрома. В том случае, если анализируемый сплав не содержит марганец, после растворения солей в раствор добавляют кристаллик сернокислого марганца. Раствор продолжают кипятить до прекращения выделения мелких пузырьков. Затем добавляют 5  $\text{см}^3$  раствора хлористого натрия и кипятят раствор до исчезновения малиновой окраски.

Охлажденный раствор титруют раствором соли Мора в присутствии 5—6 капель фенилантраниловой кислоты до изменения окраски раствора от малиновой до зеленой или в присутствии 4—5 капель дифениламина до изменения окраски раствора от фиолетовой до зеленой.

### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{T V 100}{m}, \quad (2)$$

где  $T$  — установленная массовая концентрация раствора соли Мора по хрому (титр),  $\text{г}/\text{см}^3$ ,

$V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование хрома,  $\text{см}^3$ ;

*m* — масса навески пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля хрома, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,25 включ.	0,02	0,03
Св 0,25 до 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА (от 0,05 до 1,00 %)

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси ортофосфорной, серной и азотной кислот, образовании после окисления хрома до шестивалентного надсернокислым аммонием розового комплекса с дифенилкарбазидом и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 546 нм.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, плотностью 1,70 г/см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Смесь кислот, состоящая из 550 см<sup>3</sup> воды, 40 см<sup>3</sup> серной кислоты, 40 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 4 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 8 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300. 1,5-Дифенилкарбазид по ТУ 6—09—07—1672, свежеприготовленный спиртовой раствор 1,5 г/дм<sup>3</sup>: 0,15 г дифенилкарбазида помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 15 см<sup>3</sup> этилового спирта и, подогрев колбу в горячей воде, оставляют на 15 мин, после чего доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Хром металлический по ГОСТ 5905 марки Х99.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,5 г металлического хрома помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 60 см