

УДК 669.715.543.06 : 006.354

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения хрома

Titanium alloys.
Methods for the determination of chromium

ГОСТ

19863.12—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле от 0,1 до 12,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,1 до 12,0%) 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 параллельных определений.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси серной и боровофтористоводородной кислот, окислении хрома до шестивалентного надсерноокислым аммонием в присутствии катализатора — азотно-кислого серебра и титровании хромовой кислоты раствором двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (соли Мора) с фенилантрапиновой кислотой в качестве индикатора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³, растворы 1:1 и 1:5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 1 г/дм³.

Марганец (II) сернистый 5-водный по ГОСТ 435.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 100 г/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантрапиловая по ТУ 6—09—3501, раствор 2 г/дм³: 0,2 г углекислого натрия растворяют при нагревании в 50 см³ воды, добавляют 0,2 г фенилантрапиловой кислоты и доливают водой до 100 см³.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм³: 29,42 г или 5,88 г перекристаллизованного двуххромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

Для перекристаллизации 100 г двуххромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 150 см³ воды и растворяют при нагревании. Раствор при энергичном перемешивании выливают тонкой струей в фарфоровую чашку, которая охлаждается ледяной водой. Выпавшие кристаллы отфильтровывают путем отсасывания на воронке с пористой стеклянной пластинкой, высушивают 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, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм³: 39,5 г или 7,9 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 800 см³ и растворяют в 500 см³ воды, приливают 100 см³ раствора серной кислоты 1:1, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (практическую), выраженную в г/см³ хрома (T), вычисляют по формуле

$$T=0,001733K, \quad (1)$$

где 0,001733 — массовая концентрация раствора соли Мора (теоретическая), выраженная в г/см³ хрома;

K — соотношение между растворами двуххромовокислого калия и соли Мора.

Устанавливают соотношение K между растворами двуххромовокислого калия и соли Мора: в три конические колбы вместимостью по 250 см³ переносят пипеткой по 10 см³ раствора двуххромовокислого калия 0,1 или 0,02 моль/дм³, разбавляют до 100 см³ водой, приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1:5, перемешивают,

С. 3 ГОСТ 19863.12—91

добавляют 5—6 капель фенилантраниловой кислоты и титруют соответствующим раствором соли Мора до перехода сине-фиолетовой окраски раствора в зеленую.

$$K = \frac{V_1}{V_2}, \quad (2)$$

где V_1 — объем раствора двуххромовокислого калия, используемый для титрования, см^3 ;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см^3 .

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают перед его применением.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 , приливают 60 см^3 раствора серной кислоты 1 : 5, 2 см^3 бромфтористоводородной кислоты и нагревают до полного растворения.

Таблица 1

Массовая доля хрома, %	Масса навески пробы, г
От 0,1 до 2,0 включ.	1
Св. 2,0 » 5,0 »	0,5
» 5,0 » 12,0 »	0,25

В раствор добавляют по каплям раствор азотной кислоты до исчезновения фиолетовой окраски и нагревают до кипения в течение 3 мин. Затем осторожно приливают 100 см^3 воды, 3—4 капли раствора сернокислого марганца (II), 10 см^3 раствора азотнокислого серебра и 30 см^3 раствора надсернокислого аммония, нагревают содержимое колбы до кипения и кипятят до появления малинового окрашивания, указывающего на полноту окисления хрома. Раствор продолжают кипятить до прекращения выделения мелких пузырьков. Затем добавляют 5 см^3 раствора хлористого натрия и нагревают раствор до исчезновения малиновой окраски.

Раствор охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором соли Мора $0,02 \text{ моль/дм}^3$ (при массовой доле хрома менее $0,5\%$) или $0,1 \text{ моль/дм}^3$ (при массовой доле хрома более $0,5\%$) с 5—6 каплями индикатора — фенилантраниловой кислоты до изменения окраски раствора из малиновой в зеленую.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{T \cdot V_3}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где T — установленная массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ хрома;

V_3 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование хрома, см³;

m — масса пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,30 включ.	0,01	0,01
Св. 0,30 > 0,75 >	0,02	0,03
> 0,75 > 1,50 >	0,05	0,06
> 1,50 > 3,00 >	0,08	0,10
> 3,00 > 6,00 >	0,15	0,20
> 6,00 > 12,00 >	0,25	0,30

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и бромфтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции хрома при длине волны 357,9 нм в пламени ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для хрома.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 2:1 и 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм³.