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 борофтористоводородной кислот, окислении хрома до шестивалентного надсернокислым аммонием в присутствии катализатора — азотнокислого серебра и титровании хромовой кислоты раствором двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (соли Мора) с фенилантраниловой 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

gost.e-ecolog.ru

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 надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм³.

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

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

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантраниловая 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 фенилантраниловой кислоты и доливают водой до 100 см³.

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

Для перекристаллизации 100 г двухромовокислого 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

$$T = 0{,}001733\,K, \qquad (1)$$

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

K — соотношение между растворами двухромовокислого калия и соли Мора.

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

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

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

где V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, используемый для титрования, см³;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³.

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 см³, приливают 60 см³ раствора серной кислоты 1 : 5, 2 см³ борофтористоводородной 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 см³ воды, 3—4 капли раствора сернокислого марганца (II), 10 см³ раствора азотнокислого серебра и 30 см³ 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 см³ раствора хлористого натрия и нагревают раствор до исчезновения малиновой окраски.

Раствор охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором соли Мора 0,02 моль/дм³ (при массовой доле хрома менее 0,5%) или 0,1 моль/дм³ (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

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

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 борофтористоводородной 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 борофтористоводородная: 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.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Раствор титана 10 г/дм³: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Хром по ГОСТ 5905 марки Х00.

Стандартные растворы хрома

Раствор А: 1 г металлического хрома растворяют в 50 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,002 г хрома.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,0002 г хрома.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 3

Массовая доля хрома, %	Масса навески пробы, г	Вместимость мерной колбы, см³	Объем добавляемого раствора, см³	
			соляной кислоты 1 : 1	хлористого аммония
От 0,1 до 1,0 включ.	0,2	100	2	10
Св. 1,0 » 5,0 »	0,1	250	5	25
» 5,0 » 12,0 »	0,25	250	—	—

После растворения пробы добавляют 3—5 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 3, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 и раствор хлористого аммония в соответствии с табл. 3, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. При массовой доле хрома от 5,0 до 12,0% аликвотную часть раствора, равную 20 см³, отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, 10 см³ раствора хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.3. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 3.3.1 и 3.3.2.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

3.3.4.1. При массовой доле хрома от 0,1 до 1,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 20 см³ раствора титана, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0002; 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,002 г хрома.

3.3.4.2. При массовой доле хрома от 1,0 до 5,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 10 см³ раствора титана, в пять из них отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0004; 0,0008; 0,0012; 0,0016; 0,002 г хрома.

3.3.4.3. При массовой доле хрома от 5,0 до 10,0%

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 2 см³ раствора титана, в четыре из них отмеряют 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г хрома.

3.3.4.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.4.1, 3.3.4.2 и 3.3.4.3, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, по 10 см³ раствора хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — закись азота (стехиометрическое) и измеряют атомную абсорбцию хрома при длине волны 357,9 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям хрома строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация хрома, г/см³».

Массовую концентрацию хрома в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю хрома (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (4)$$

где C_1 — массовая концентрация хрома в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация хрома в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески в растворе пробы или в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля хрома, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,100 до 0,250 включ.	0,015	0,020
Св. 0,250 » 0,500 »	0,025	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07
» 1,00 » 2,00 »	0,10	0,15
» 2,00 » 4,00 »	0,15	0,20
» 4,00 » 8,00 »	0,20	0,25
» 8,00 » 12,00 »	0,25	0,30

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **А. И. Королева**; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 626

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19863.12—80**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.2
ГОСТ 435—77	2.2
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 3773—72	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4208—72	2.2
ГОСТ 4220—75	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 5905—79	3.2
ГОСТ 9656—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-3302—76	2.2

gost.e-ecolog.ru