УДК 669.15'26—198:546.17.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 21600.6—83

(СТ СЭВ 3612—82)

ФЕРРОХРОМ

Метод определения азота

Ferrochrome. Method for the determination of nitrogen

Взамен ГОСТ 21600.6—76

ОКП 08 4000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1983 г. № 2123 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

395-95
32

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения азота в феррохроме (при массовой доле азота от 0,01 до 8,0%).

Метод основан на растворении навески феррохрома в неокисляющих кислотах, в результате чего в растворе образуются аммонийные соли. Последние разлагаются гидроокисью натрия с выделением аммиака. Выделяющийся при этом аммиак поглощают раствором борной кислоты. Образовавшийся борат аммония титруют раствором серной кислоты в присутствии смешанного индикатора.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3612—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба — по ГОСТ 24991—81 и ГОСТ 23176—78 с дополнениями, указанными в табл. 1.

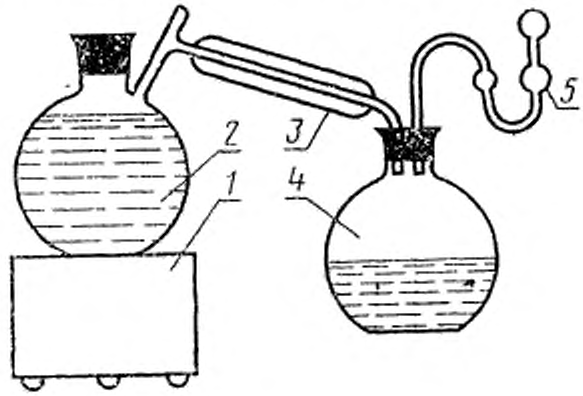
gost.e-ecolog.ru

Таблица 1

Группа феррохрома по ГОСТ 4757—79	Приготовление пробы
Низкоуглеродистый, среднеуглеродистый и азотированный с массовой долей азота менее 4%	Стружка толщиной 0,1—0,2 мм, размельченная в агатовой ступке до крупности частиц, проходящих через сито с сеткой № 1,6 по ГОСТ 6613—73
Углеродистый и азотированный с массовой долей азота 4% и более	Тонкий порошок с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 008 по ГОСТ 6613—73

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для получения бидистиллята (черт. 1).



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

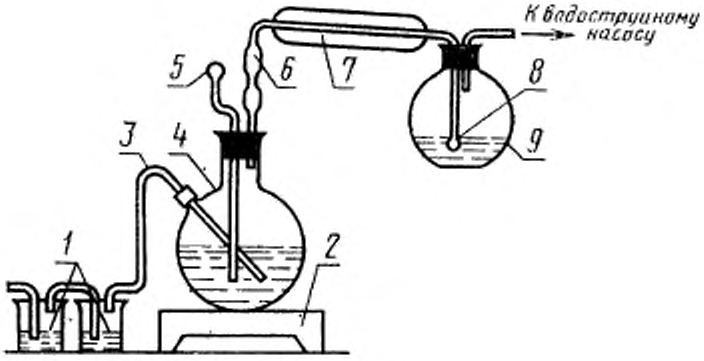
Черт. 1

Установка для определения азота (черт. 2).

Допускается применение установок другого типа.

Установка состоит из двух очистительных склянок *1*, заполненных одна серной кислотой, другая водой; электроплитки *2*; стеклянной трубки *3* диаметром 6—7 мм; двугорловой колбы *4*, вместимостью 1 дм³; воронки 5; кварцевого дефлегматора *6;* кварцевого холодильника *7;* кварцевого барботера *8;* колбы-приемника дистиллята *9*.

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



Черт. 2

Очищенную воду проверяют на присутствие в ней ионов аммония реактивом Несслера; 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 бутыли с притертой пробкой.

Дистиллированная вода, очищенная от ионов аммония, должна применяться в ходе анализа и для приготовления всех растворов, используемых для определения содержания азота.

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

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 растворы, приготовленные из фиксанала соответствующим разбавлением водой, с молярной концентрацией эквивалента 0,02 и 0,002 моль/дм³.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты по тетраборнокислому или углекислому натрию.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right) = 0{,}02$ моль/дм³ по тетраборнокислому натрию: навеску тетраборнокислого натрия массой 0,1 г помещают в кол-

бу вместимостью 250 см³, растворяют в 150 см³ воды, прибавляют несколько капель индикаторной смеси и титруют раствором серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}02$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}002$ моль/дм³ по тетраборнокислому натрию: навеску тетраборнокислого натрия массой 0,1 г растворяют в 50 см³ воды и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 10 см³ раствора переносят в колбу вместимостью 250 см³, приливают 150 см³ воды, прибавляют несколько капель индикаторной смеси и титруют раствором серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}02$ моль/дм³ по углекислому натрию: навеску углекислого натрия массой 0,1 г растворяют в 50 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 25 см³ раствора переносят в колбу вместимостью 250 см³, приливают 150 см³ воды, прибавляют несколько капель индикаторной смеси и титруют раствором серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}02$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}002$ моль/дм³ по углекислому натрию: навеску углекислого натрия массой 0,1 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 индикаторной смеси и титруют раствором серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

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

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

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

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

28 — молекулярная масса азота;

m_1 — молекулярная масса тетраборнокислого натрия, равная 381,44 или углекислого натрия, равная 106.

Калия или натрия гидроокись, 40%-ный раствор. В колбу вместимостью 5 дм³ помещают 1 кг сухой гидроокиси калия или натрия, 10—20 г гранулированного цинка, кусочек медной проволоки (медно-цинковая пара) и приливают 2,7 дм³ бидистиллированной воды.

Раствор кипятят до тех пор, пока его объем не достигнет 2,5 дм³. Раствор хранят в закрытых полиэтиленовых бутылях.

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 ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Медь металлическая.

Цинк металлический гранулированный.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Ртуть йодная.

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

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

Растворы и реактивы готовят, хранят и проводят анализ в помещениях, атмосфера которых свободна от аммонийных солей и окислов азота.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Первый (холостой) отгон проводят для очистки системы (черт. 2). С этой целью подают воду в холодильник *7* и подключают водоструйный насос. В реакционную колбу *4* наливают 100 см³ 40%-ного раствора гидроокиси калия или натрия, 200 см³ бидистиллированной воды, в приемник *9* наливают 10 см³ раствора борной кислоты, проверяют систему на герметичность и нагревают реакционную колбу до тех пор, пока в приемнике не соберется 100 см³ дистиллята.

3.2. Навеску феррохрома массой, установленной табл. 2, (в зависимости от массовой доли азота) помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1 : 4), закрывают колбу ловушкой, наполненной серной кислотой (1 : 100) и растворяют навеску при нагревании до прекращения выделения пузырьков газа.

Таблица 2

Массовая доля азота, %	Масса навески, г
От 0,01 до 0,2 включ.	0,5
Св. 0,2 » 1,0 »	0,25
» 1,0 » 4,0 »	0,2
» 4,0 » 8,0 »	0,1

Если растворение навески неполное, то нерастворившийся остаток отфильтровывают на плотный фильтр, асбест или центрифугируют, промывают 4—5 раз горячей серной кислотой (1 : 100), собирают фильтрат и промывные воды в чистую колбу и сохраняют.

В колбу, в которой проводилось растворение навески, насыпают 10 г сернокислого калия и 1 г сернокислой меди. Сюда же помещают фильтр с остатком, приливают 20 см³ серной кислоты и нагревают до полного разрушения фильтра и растворения остатка навески. При этом расплав принимает густую консистенцию зеленого цвета без видимых частиц остатка.

Плав охлаждают, приливают первоначальный фильтрат и соли растворяют при нагревании. К аппаратуре присоединяют приемник, в котором находится 50 см³ раствора борной кислоты. Подготовленный и охлажденный анализируемый раствор осторожно переносят через капельную воронку установки для определения азота (черт. 2) в реакционную колбу с предварительно налитой в нее очищенной щелочью, как указано в п. 3.1.

Колбу и капельную воронку ополаскивают 100 см³ бидистиллированной воды, нагревают реакционную колбу на электроплитке до температуры 200—250°С и отгоняют 200 см³ дистиллята в приемник.

Нагревание прекращают, отсоединяют колбу-приемник от системы, обмывают барботер *8* бидистиллированной водой и титруют растворами серной кислоты $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}002$ моль/дм³ при массовой доле азота от 0,01 до 0,2% и $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=0{,}02$ моль/дм³ при массовой доле азота от 0,2 до 8,0%.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю азота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot c}{m} \cdot 100,$$

где V — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование навески феррохрома, см³;

V_1 — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

c — массовая концентрация раствора серной кислоты по азоту г/см³;

m — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля азота, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,005
Св. 0,02 „ 0,05 „	0,007
„ 0,05 „ 0,10 „	0,01
„ 0,10 „ 0,25 „	0,02
„ 0,25 „ 0,50 „	0,03
„ 0,50 „ 1,0 „	0,04
„ 1,0 „ 2,0 „	0,06
„ 2,0 „ 3,0 „	0,08
„ 3,0 „ 4,0 „	0,10
„ 4,0 „ 5,0 „	0,12
„ 5,0 „ 6,0 „	0,14
„ 6,0 „ 8,0 „	0,16

Изменение № 1 ГОСТ 21600.6—83 Феррохром. Метод определения азота

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.09.88 № 3198

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 08 4000 на ОКСТУ 0809.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86; исключить ссылку: ГОСТ 23176—78.

Раздел 2. Заменить слова: «15 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³» (2 раза); «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³»; «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³»; исключить ссылку: ГОСТ 5853—51.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли азота приведены в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля азота, %	Δ, %	Допускаемые расхождения, %			δ, %
		$d_к$	$d_в$	$d_з$	
От 0,01 до 0,02 включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
Св. 0,02 » 0,05 »	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,010	0,008	0,010	0,005
» 0,10 » 0,2 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010
» 0,2 » 0,5 »	0,024	0,030	0,025	0,030	0,016
» 0,5 » 1,0 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
» 2,0 » 5 »	0,10	0,12	0,10	0,12	0,06
» 5 » 8 »	0,13	0,16	0,13	0,16	0,08

(ИУС № 1 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru