УДК 669.26:546.17.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13020.7—85

(СТ СЭВ 4508—84)

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения азота

Metallic chrome
Methods for determination of nitrogen

Взамен
ГОСТ 13020.7—67

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1412 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и с применением автоматических анализаторов методы определения азота в металлическом хроме (при массовой доле азота от 0,002 до 0,06 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4508—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на переводе азота, находящегося в металлическом хроме в виде химически связанного и в атомарном состоянии, в аммонийные соли. Азот отгоняют в виде аммиака дистилляцией из щелочного раствора. Выделяющийся при этом аммиак поглощают раствором борной кислоты. Образовавшийся борат аммония титруют раствором серной кислоты в присутствии смеси индикаторов.

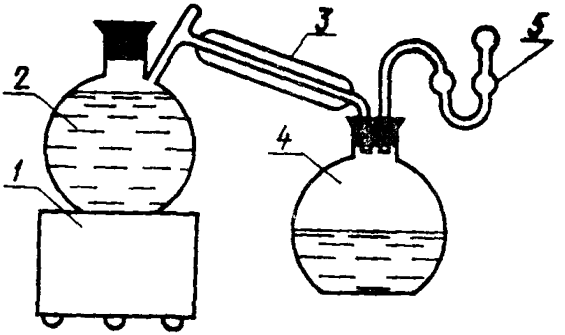
Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

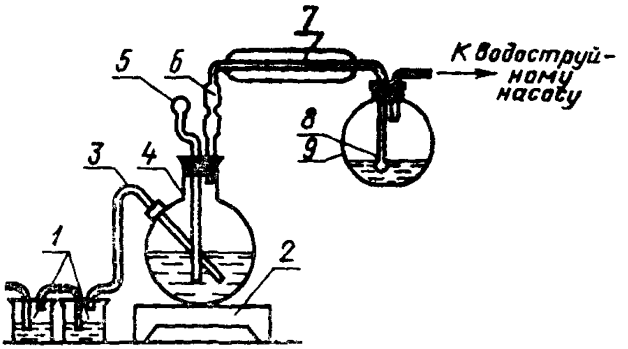
Установка для получения бидистиллята (черт. 1).



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

Черт. 1

Установка для определения азота (черт. 2).



1—склянки, заполненные водой и серной кислотой; *2*—электроплитка; *3*—стеклянная трубка диаметром 6—7 мм; *4*—двугорловая колба вместимостью 1 дм³; *5*—воронка; *6*—кварцевый дефлегматор; *7*—кварцевый холодильник, *8*—кварцевый барботер; *9*—колба приемника дистиллята

Черт. 2

Допускается применение установок другого типа.

Вода бидистиллированная или деионированная.

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

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.

Бидистиллированную воду, очищенную от ионов аммония, следует применять в ходе анализа и для приготовления всех растворов, используемых для определения содержания азота.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота хлорная, 42 или 57 %-ный раствор.

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 раствор молярной концентрацией эквивалента $c(1/2H_2SO_4)=0{,}002$ моль/дм³, приготовленный из фиксанала соответствующим разбавлением водой.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты устанавливают по тетраборнокислому или углекислому натрию.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты $c(1/2H_2SO_4)=0{,}002$ моль/дм³ по тетраборнокислому натрию устанавливают следующим образом: навеску тетраборнокислого натрия массой 0,1000 г растворяют в 50 см³ воды и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 10 см³ раствора переносят в колбу вместимостью 250 см³ приливают 150 см³ воды, прибавляют несколько капель смеси индикаторов и титруют раствором серной кислоты $c(1/2H_2SO_4)=0{,}002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты $c(1/2H_2SO_4)=0{,}002$ моль/дм³ по углекислому натрию устанавливают следующим образом: навеску углекислого натрия массой 0,1000 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 смеси

индикаторов и титруют раствором серной кислоты $c(1/2H_2SO_4)=$ $=0{,}002$ моль/дм^3 до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты (c) по азоту, выраженную в г/см^3, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m_2 \cdot 28}{V_2 m_1},$$

где m_2 — масса навески, соответствующая аликвотной части растворов тетраборнокислого или углекислого натрия, г;

28 — молекулярная масса азота;

V_2 — объем раствора серной кислоты, израсходованной на титрование, см^3;

m_1 — молекулярная масса тетраборнокислого натрия, равная 381,38, или углекислого натрия, равная 106.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 40 %-ный раствор: в колбу вместимостью 5 дм^3 помещают 1 кг гидроокиси натрия, 10—20 г цинка, 2—3 г медной проволоки и приливают 2,7 дм^3 воды. Раствор кипятят до тех пор, пока его объем не достигнет 2,5 дм^3. 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 см^3 этилового спирта.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Цинк металлический гранулированный.

Медь металлическая в виде проволоки.

Натрий сернокислый по ГОСТ 6053—77.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Ртуть йодная.

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

Реактив Несслера: 12,5 г йодистого калия растворяют в 15 см^3 воды, к раствору прибавляют 17,5 г йодистой ртути и перемешивают до полного растворения красного осадка. К полученному раствору приливают 445 см^3 раствора гидроокиси калия, перемешивают и дают отстояться осадку в течение 3 дней. Прозрачный раствор декантируют и хранят в склянке из темного стекла.

Приготовление, хранение растворов и реактивов, а также проведение анализа следует осуществлять в помещениях, атмосфера которых свободна от аммонийных солей и окислов азота.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Первый (холостой) отгон проводят для очистки системы (см. черт. 2). С этой целью подают воду в холодильник 7 и подключают водоструйный насос. В реакционную колбу наливают 100 см^3

раствора гидроокиси натрия, 200 см³ воды, в приемник 9—10 см³ раствора борной кислоты, проверяют систему на герметичность и нагревают реакционную колбу до тех пор, пока в приемнике не соберется 100 см³ дистиллята, который отбрасывают.

2.3.2. Навеску пробы массой, установленной в зависимости от массовой доли азота по табл. 1, помещают в колбу вместимостью 250 см³.

Таблица 1

Массовая доля азота, %	Масса навески пробы, г
От 0,002 до 0,01 включ.	2,0
Св. 0,01 » 0,03 »	1,0
» 0,03 » 0,06 »	0,5

Приливают 50 см³ соляной кислоты (1:1), закрывают колбу ловушкой, наполненной соляной кислотой (1:100), и растворяют навеску при нагревании до прекращения выделения пузырьков газа. Нерастворившийся остаток отфильтровывают на плотный фильтр, асбест или центрифугируют, промывают 4—5 раз горячей серной кислотой (1:100), собирая фильтрат и промывные воды в чистую колбу, и сохраняют. В колбу, в которой проводилось растворение навески, прибавляют 10 г сернокислого натрия 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 плав принимает густую консистенцию зеленого цвета без видимых частиц остатка. Плав охлаждают, приливают первоначальный фильтрат и растворяют соли при нагревании.

После этого приливают 50 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров хлорной кислоты и окисления хрома. Содержимое колбы охлаждают, приливают 100 см³ воды и нагревают до растворения солей, а затем охлаждают.

К аппаратуре присоединяют приемник, в котором находится 50 см³ раствора борной кислоты. Подготовленный и охлажденный раствор пробы осторожно переносят через капельную воронку установки для определения азота (см. черт. 2) в реакционную колбу, содержащую раствор гидроокиси натрия, очищенную от аммонийных солей, как указано в п. 2.3.1.

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 водой и титруют раствором серной кислоты $c(1/2H_2SO_4)=0{,}002$ моль/дм³ в присутствии 4—5 капель раствора смеси индикаторов до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 пробы, 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.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля азота, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005 включ	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,003
» 0,01 » 0,02 »	0,005
» 0,02 » 0,06 »	0,007

3. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ АВТОМАТИЧЕСКИХ АНАЛИЗАТОРОВ

3.1. Сущность метода

Метод основан на восстановительном плавлении пробы в никелевой ванне в вакууме или в токе газа-носителя.

3.2. Аппаратура

Автоматический анализатор любого типа со всеми принадлежностями для определения азота.

Градуировку анализатора проводят в зависимости от типа анализатора.

3.3. Проведение анализа

Анализ проводят в зависимости от типа анализатора.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Содержание азота определяют по показанию индикаторного прибора анализатора.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

gost.e-ecolog.ru