

## 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 бороводородной кислот, окислении хрома до шестивалентного надсернистым аммонием в присутствии катализатора — азотно-кислого серебра и титровании хромовой кислоты раствором двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (соли Мора) с феррилантраниловой кислотой 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>, раствор 1:1 и 1:5.

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

Кислота фтороводородная 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 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре  $(10 \pm 2)^\circ\text{C}$  добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

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

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

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

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантраниловая по ТУ 6—09—3501, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>: 0,2 г углекислого натрия растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> воды, добавляют 0,2 г фенилантраниловой кислоты и доливают водой до 100 см<sup>3</sup>.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм<sup>3</sup>: 29,42 г или 5,88 г перекристаллизованного двуххромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают.

Для перекристаллизации 100 г двуххромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 150 см<sup>3</sup> 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  $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ , измельчают и окончательно высушивают при температуре  $(200 \pm 5)^\circ\text{C}$  в течение 10—12 ч.

Соли закиси железа и аммония двойная серноокислая (соли Мора) по ГОСТ 4208, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм<sup>3</sup>: 39,5 г или 7,9 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 1:1, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (практическую), выраженную в г/см<sup>3</sup> хрома ( $T$ ), вычисляют по формуле

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

где 0,001733 — массовая концентрация раствора соли Мора (теоретическая), выраженная в г/см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> переносят пипеткой по 10 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия 0,1 или 0,02 моль/дм<sup>3</sup>, разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой, приливают 20 см<sup>3</sup> 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.

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

где  $V_1$  — объем раствора двуххромовокислого калия, используемый для титрования,  $\text{см}^3$ ;

$V_2$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ .

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  $250 \text{ см}^3$ , приливают  $60 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты 1 : 5,  $2 \text{ см}^3$  броматорнистоводородной 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  $100 \text{ см}^3$  воды, 3—4 капли раствора сернокислого марганца (II),  $10 \text{ см}^3$  раствора азотнокислого серебра и  $30 \text{ см}^3$  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  $5 \text{ см}^3$  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/см<sup>3</sup> хрома;

$V_3$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование хрома, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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	0,05
» 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/см<sup>3</sup>, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре  $(10 \pm 2)^\circ\text{C}$  добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Раствор титана 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Хром по ГОСТ 5905 марки Х00.

Стандартные растворы хрома

Раствор А: 1 г металлического хрома растворяют в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А содержит 0,002 г хрома.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 3

Массовая доля хрома, %	Масса навески пробы, г	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>	Объем добавляемого раствора, см <sup>3</sup>	
			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 см<sup>3</sup>, отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 : 1, 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают по 20 см<sup>3</sup> раствора титана, в пять из них отмеряют 1,0, 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора титана, в пять из них отмеряют 2,0, 4,0, 6,0, 8,0, 10,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора титана, в четыре из них отмеряют 5,0, 7,5, 10,0, 12,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 1, по 10 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>»

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

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

где  $C_1$  — массовая концентрация хрома в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>,

$C_2$  — массовая концентрация хрома в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>,

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>,

$m$  — 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.

Т а б л и ц а 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 9556—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 25083—87	1.1
ТУ 6-09-3502—76	2.2