

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН  
НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения хрома

Carbon steel and unalloyed cast iron.  
Methods for determination of chromium

ГОСТ

22536.7—88

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.90

до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле хрома от 0,01 до 0,50 %), титриметрический (при массовой доле хрома от 0,10 до 0,50 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле хрома от 0,01 до 0,50 %) методы определения хрома.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22536.0—87.

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не превышает предела  $\Delta$ , приведенного в таблице, при выполнении условий:

расхождение между результатами двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ) значения  $d_2$  ( $d_3$ ), приведенного в таблице;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли хрома не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности  $P=0,85$ ) значение  $\delta$ , приведенное в таблице.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли хрома. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения  $d_k$ , приведенного в таблице.

Массовая доля хрома, %	$\Delta$ , %	Допускаемые расхождения, %			$\delta$ , %
		$d_1$	$d_2$	$d_3$	
От 0,01 до 0,02 включ.	0,0028	0,0036	0,0030	0,0036	0,0018
Св. 0,02 » 0,05 »	0,004	0,006	0,005	0,006	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,007	0,008	0,007	0,008	0,004
» 0,10 » 0,2 »	0,011	0,014	0,011	0,014	0,007
» 0,2 » 0,5 »	0,017	0,022	0,018	0,022	0,011

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

2.1. Метод основан на окислении дифенилкарбазида хромом (VI) в сернокислой среде до окрашенного в красно-фиолетовый цвет соединения и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 546 нм.

Влияние Fe (III) устраняют прибавлением фосфорной кислоты. При определении хрома в стали и чугуне с массовой долей марганца более 1 % и при определении хрома менее 0,1 % железо, марганец и другие элементы, мешающие анализу, отделяют осаждением углекислым натрием.

### 2.2. Аппаратура и реактивы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Смесь кислот: 150 см<sup>3</sup> серной кислоты осторожно вливают в 700 см<sup>3</sup> воды, после охлаждения приливают 150 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>; хранить в посуде из темного стекла.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм<sup>3</sup>.

1,5 — Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—78, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>; 0,1 г растворяют в 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, приливают 50 см<sup>3</sup> этилового спирта и доливают до 100 см<sup>3</sup> водой.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор с массовой концентрацией 300 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,2829 г высушенного при 140 °С до постоянной массы двухромовокислого калия растворяют в 250 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г хрома. Срок хранения раствора 3 месяца.

Раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00005 г хрома; (готовят непосредственно перед применением).

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

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000005 г хрома.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Без отделения углекислым натрием (при массовой доле хрома от 0,1 до 0,5 %).

2.3.1.1. Навеску стали или чугуна массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. Затем обмывают стекло над колбой небольшим количеством воды, приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора, кипятят до удаления окислов азота и охлаждают.

Если есть осадок (графит, кремниевая кислота), раствор отфильтровывают через фильтр «белая лента» и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды. Фильтр с осадком отбрасывают, а фильтрат выпаривают до объема 50—60 см<sup>3</sup>. В охлажденный раствор приливают 5 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония, постепенно нагревают до появления розовой окраски и кипятят до полного разрушения надсернокислого аммония. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> доливают до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают аликовотную часть раствора 10 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты (1:2), 15 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазида, доливают до метки водой, перемешивают и немедленно измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 546 нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале 530—550 нм. Если

в пробе содержится ванадий, величину оптической плотности измеряют через 10—15 мин. Вследствие малой устойчивости комплекса одновременно приготавливают 4—5 проб. Для приготовления раствора сравнения в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> смеси кислот, 5 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазида, доливают до метки водой и перемешивают. Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычтывают значения оптической плотности раствора контрольного опыта.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

### 2.3.1.2. Построение градуировочного графика

В шесть конических колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 0,1 г карбонильного железа. В пять из них добавляют последовательно 1, 2, 5, 10, 12 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00025; 0,00050; 0,00060 г хрома. Шестая навеска служит для проведения контрольного опыта. Во все колбы приливают по 20 см<sup>3</sup> смеси кислот и далее поступают как приведено в п. 2.3.1.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы хрома строят градуировочный график.

Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля хрома.

### 2.3.1.3. Обработка результатов

Массовую долю хрома ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

где  $m_1$  — масса хрома, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы, г.

2.3.2. С отделением углекислым натрием (при массовой доле хрома от 0,01 до 0,50 %).

2.3.2.1. Навеску стали или чугуна массой 0,2 г (при массовой доле хрома 0,01—0,10 %) или 0,1 г (при массовой доле хрома выше 0,10 %) помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), растворяют при умеренном нагревании. Затем приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и избыток 1—2 см<sup>3</sup>. Раствор кипятят до удаления окислов азота и выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствора приливают 25—30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. В горячий раствор приливают 2 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия, ки-

пятят до полного выпадения осадка двуоксида марганца и приливают 15 см<sup>3</sup> воды. Затем осторожно, небольшими порциями, при перемешивании приливают 30 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия и выдерживают на теплой плите 20—30 мин.

Раствор с осадком охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр «белая лента» в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть раствора 50 см<sup>3</sup> (при массовой доле хрома 0,01—0,03 %), 20 см<sup>3</sup> (при массовой доле хрома 0,03—0,10 %) и 10 см<sup>3</sup> (при массовой доле хрома выше 0,10 %) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), раствор охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазида, перемешивают, доливают водой до метки и вновь перемешивают.

Через 5 мин измеряют величину оптической плотности раствора на спектрофотометре при длине волны 546 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 530—550 нм. Если в пробе содержится ванадий, величину оптической плотности измеряют через 10—15 мин одновременно по 3—4 пробам. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитывают значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

### 2.3.2.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают последовательно 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000030; 0,000040; 0,000050; 0,000060 г хрома. В каждую колбу приливают 3 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), 5 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазида, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 546 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 530—550 нм.

Для приготовления раствора сравнения в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают 25—30 см<sup>3</sup> воды, 3 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4) и 5 см<sup>3</sup> дифенилкарбазида, перемешивая раствор после прибавления каждого реагента. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

По найденным величинам оптической плотности и соответст-

вующим им значениям массы хрома строят градуировочный график.

Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля хрома.

#### 2.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где

$m_1$  — масса хрома, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы, соответствующая аликовтной части раствора, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли хрома приведены в таблице.

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Метод основан на окислении хрома (III) надсернокислым аммонием до хрома (VI) в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра. Хромовую кислоту восстанавливают раствором соли железа (II) и устанавливают конечную точку титрования потенциометрически или визуально. В последнем случае избыток Fe (II) оттитровывают раствором марганцовокислого калия.

#### 3.2. Аппаратура и реактивы

Установка для потенциометрического титрования: два электрода — индикаторный (платиновый) и электрод сравнения (каломельный, хлорсеребряный или вольфрамовый); магнитная или механическая мешалка; милливольтметр постоянного тока или pH-метр, позволяющие четко фиксировать скачок потенциала в конечной точке при титровании с выбранной парой электродов. При необходимости к прибору последовательно подключают переменное сопротивление, которое позволяет проводить измерения в пределах шкалы прибора.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 5:95 и 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот: 160 см<sup>3</sup> серной кислоты вливают осторожно в 760 см<sup>3</sup> воды, охлаждают и приливают 80 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>; хранят в посуде из темного стекла.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий щавелевокислый безводный по ГОСТ 5839—77.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435—77, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>.

Мочевина по ГОСТ 6691—77; свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор с массовой концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм<sup>3</sup>: 7,84 г соли Мора растворяют в 1 дм<sup>3</sup> серной кислоты (5:95).

Массовую концентрацию раствора соли Мора ( $T$ ) устанавливают по стандартному раствору хрома (VI) или по навеске безводного двухромовокислого калия, высушенного при 150 °C до постоянной массы. Навеску двухромовокислого калия массой 0,1000 г растворяют в 150 дм<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой. Аликвотную часть 20 см<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 400 см, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты 1:1,5 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты и перемешивают. В стакан с раствором погружают электроды, включают мешалку и быстро приливают раствор соли Мора до получения слабо-желтой окраски. Затем раствор соли Мора прибавляют медленно по каплям, записывая объем раствора в бюrette и показания прибора после прибавления каждой капли раствора. Объем раствора в бюrette, соответствующий максимальному изменению показаний прибора, принимают за объем, израсходованный на титрование.

Массовую концентрацию раствора соли Мора ( $T$ ), выраженную в граммах хрома на 1 см<sup>3</sup> раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0,3535}{V},$$

где  $m$  — масса навески двухромовокислого калия, соответствующая аликвотной части, г;

0,3535 — коэффициент пересчета двухромовокислого калия на хром;

$V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, стандартный раствор с массовой концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм<sup>3</sup>: 0,63 г марганцовокислого калия растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды, раствор переносят в склянку из темного стекла, закрывают притертой пробкой, тщательно перемешивают и оставляют на 7—10 суток.

Раствор фильтруют через прокаленный асбест или воронку с

пористой пластинкой или осторожно сливают сифоном в сосуд из темного стекла. Раствор хранят в этом сосуде, снабженном сифонной трубкой, которую непосредственно соединяют с бюреткой.

Массовую концентрацию раствора ( $T$ ) устанавливают по безводному щавелевокислому натрию, высушенному до постоянной массы при  $110^{\circ}\text{C}$ .

Навеску щавелевокислого натрия массой 0,1 г растворяют при нагревании в  $50\text{ см}^3$  воды, прибавляют  $15\text{ см}^3$  серной кислоты (1:1), нагревают до  $70$ — $80^{\circ}\text{C}$  и титруют раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия, выраженную в г хрома на  $1\text{ см}^3$  раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,259 \cdot m}{V} ,$$

где  $0,259$  — коэффициент пересчета щавелевокислого натрия на хром;

$m$  — масса навески щавелевокислого натрия, г;

$V$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ .

Устанавливают соотношение ( $K$ ) объемов растворов соли Мора и марганцовокислого калия: в коническую колбу вместимостью  $500\text{ см}^3$ , приливают из бюретки  $25\text{ см}^3$  раствора соли Мора, прибавляют  $250\text{ см}^3$  воды,  $60\text{ см}^3$  смеси кислот и титруют раствором марганцовокислого калия до устойчивой в течение 2—3 мин слабо-розовой окраски.

Соотношение вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2} ,$$

где  $V_1$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора соли Мора,  $\text{см}^3$ ;

$V_2$  — объем раствора соли Мора, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ .

Соотношение устанавливают три раза и берут среднее значение.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску стали или чугуна массой 2 г (при массовой доле хрома от 0,1 до 0,3 %) и 1 г (при массовой доле хрома от 0,3 до 0,5 %) помещают в коническую колбу или стакан вместимостью  $500$ — $600\text{ см}^3$  и растворяют в  $60\text{ см}^3$  смеси кислот. После полного растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до полного разрушения карбидов и удаления окислов азота. При анализе чугуна графит и частично выпавшую кремниевую кислоту отфильтровывают и промывают фильтр с осадком 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в колбу или стакан вместимостью  $500$ — $600\text{ см}^3$ .

При анализе стали или чугуна с массовой долей марганца менее 0,1 % к раствору прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора сернокислого марганца.

Раствор разбавляют горячей водой до объема 200—250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 20 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония и нагревают до кипения. Появление малиновой окраски образующейся марганцовой кислоты свидетельствует о полном окислении хрома до шестивалентного. Раствор кипятят до разрушения надсернокислого аммония, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия и продолжают кипячение до исчезновения малиновой и появления желтой окраски. Если раствор с осадком приобретает бурый цвет, необходимо добавить 1—2 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия и продолжать кипячение до получения чистой желтой окраски. Раствор охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, перемешивают и титруют (см. пп. 3.3.2 и 3.3.3).

### 3.3.2. Визуальное титрование

К раствору прибавляют из бюретки при непрерывном перемешивании раствор соли Мора до перехода окраски из желтой в зеленую и избыток 7—10 см<sup>3</sup>. Избыток раствора соли Мора сразу же оттитровывают раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой (в течение 2—3 мин) розовой окраски.

### 3.3.3. Потенциометрическое титрование

В стакан с испытуемым раствором погружают электроды, включают мешалку и приливают раствор соли Мора вначале быстро до получения слабо-желтой окраски, затем медленно по каплям до получения скачка потенциала.

В присутствии ванадия вначале оттитровывают сумму хрома и ванадия, затем прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup> до появления розовой окраски, устойчивой в течение 2 мин. Избыток марганцовокислого калия восстанавливают 1—2 каплями раствора азотистокислого натрия до исчезновения розовой окраски, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора мочевины, 25 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) (при этом стрелка милливольтметра возвращается в исходное положение) и титруют раствором соли Мора, прибавляя по каплям как приведено выше. Разность в объемах раствора в бюретке между первым и вторым титрованием принимают за объем, израсходованный на титрование хрома.

## 3.4. Обработка результатов

3.4.1. При визуальном титровании массовую долю хрома ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{T(V \cdot K - V_1) \cdot 100}{m} ,$$

где  $T$  — массовая концентрация марганцовокислого калия, выраженная в г хрома на 1 см<sup>3</sup> раствора;  
 $V$  — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;  
 $K$  — соотношение между растворами соли Мора и марганцовокислого калия;  
 $V_1$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески пробы, г.

3.4.2. При потенциометрическом титровании массовую долю хрома ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где  $T$  — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г хрома на 1 см<sup>3</sup> раствора;

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

$m$  — масса навески пробы, г.

Массовую долю хрома ( $X_4$ ) в процентах в стали и чугуне, содержащих ванадий, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование хрома и ванадия, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия, см<sup>3</sup>;

$T$  — массовая концентрация соли Мора, выраженная в г хрома;

$m$  — масса навески пробы, г.

3.4.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли хрома приведены в таблице.

Метод применяют при разногласиях в оценке качества углеродистой стали и нелегированного чугуна.

#### 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами хрома, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух — ацетилен или закись азота — ацетилен.

##### 4.2. Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения хрома.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Закись азота.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, или баллон со сжатым воздухом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1, и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Хром металлический марки X99А, X99Б, X98,5, X99А(Ч), X99Б(Ч), X98,5(Ч) по ГОСТ 5905—79.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 2,8290 г высушенного при 140 °С до постоянной массы двухромовокислого калия растворяют в 250 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (50 г/дм<sup>3</sup>) в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают. Раствор А можно приготовить из металлического хрома. 1 г металлического хрома растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, осторожно по каплям прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г хрома.

Раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00005 г хрома.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79 и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>: 50 г карбонильного железа растворяют в 400 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), затем прибавляют по каплям азотную кислоту до окончания вспенивания, упаривают до влажных солей, прибавляют 40—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Эту операцию повторяют еще раз. Соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют раствор через фильтр средней плотности.

#### 4.3. Подготовка прибора

Подготовку прибора к анализу проводят в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. Настраивают спектрофотометр на резонансную линию 357,9 нм. После включения подачи газа и зажигания горелки распыляют воду в пламени и устанавливают нульевое показание прибора.

#### 4.4. Проведение анализа

4.4.1. Навеску стали или чугуна массой 1 г (при массовой доле хрома от 0,01 до 0,10 %) или 0,5 г (при массовой доле хрома от 0,1 до 0,2 %), или 0,2 г (при массовой доле хрома от 0,2 до 0,5 %) помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор

выпаривают досуха, охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые две порции фильтрата.

Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают все реагенты, используемые в анализе. Распыляют в пламени раствор контрольного опыта, а затем анализируемые растворы в порядке увеличения массовой доли хрома до получения стабильных показаний для каждого раствора.

Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки.

Из среднего значения абсорбции каждого из анализируемых растворов вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта.

Массу хрома находят по градуировочному графику.

#### 4.4.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 20, или 10 или 4 см<sup>3</sup> раствора карбонильного железа (в зависимости от навески стали или чугуна), приливают в шесть из них последовательно 1,0; 3,0; 5,0; 10,0; 15,0; 25,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005, 0,00015; 0,00025; 0,00050; 0,00075; 0,00125 г хрома, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Дальнейший ход анализа проводят как приведено в п. 4.4.1. Седьмая колба служит для проведения контрольного опыта.

По найденным значениям абсорбции растворов и соответствующим им значениям массы хрома строят градуировочный график.

#### 4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю хрома ( $X_5$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

где  $m_1$  — масса хрома, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m$  — масса навески пробы, г.

4.5.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли хрома приведены в таблице.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

### ИСПОЛНИТЕЛИ

Д. К. Нестеров, канд. техн. наук; С. И. Рудюк, канд. техн. наук; С. В. Спирина, канд. хим. наук (руководитель темы); В. Ф. Коваленко, канд. техн. наук; Н. Н. Гриценко, канд. хим. наук; Л. И. Березовая; О. М. Киржнер

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.08.88 № 3018

3. ВЗАМЕН ГОСТ 22536.7—77

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	2.2, 3.2	ГОСТ 5839—77	3.2
ГОСТ 83—79	2.2	ГОСТ 5859—78	2.2
ГОСТ 435—77	3.2	ГОСТ 5905—79	4.2
ГОСТ 1277—75	2.2, 3.2	ГОСТ 5962—67	2.2
ГОСТ 3118—77	4.2	ГОСТ 6552—80	3.2
ГОСТ 3773—72	4.2	ГОСТ 6691—77	3.2
ГОСТ 4197—74	3.2	ГОСТ 11125—84	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 13610—79	2.2, 4.2
ГОСТ 4208—72	3.2	ГОСТ 14261—77	4.2
ГОСТ 4220—75	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 4233—77	3.2	ГОСТ 20478—75	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 5457—75	4.2	ГОСТ 22536.0—87	1.1