ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

ГОСТ 6689.14—92

Издание официальное

БЗ 5—92/639

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

УДК 669.345:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения хрома

Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for the determination of chromium

ГОСТ 6689.14—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения хрома (при массовой доле хрома от 8 до 11%) в никелевых сплавах по ГОСТ 492.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении хрома (III) до хрома (IV) надсернокислым аммонием в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора, восстановлении хрома (IV) стандартным раствором соли Мора и определении избытка железа (II) потенциометрическим титрованием раствором двухромовокислого калия или титрованием раствором марганцовокислого калия с визуальной индикацией конца титрования.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр ЛПМ-60М, рН-340 или любой прибор того же класса.

Электрод платиновый ЭТПЛ-ОГМ.

Электрод сравнения ртутно-сульфатный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Смесь кислот для растворения: смешивают одну часть азотной кислоты с тремя частями соляной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 1 : 9.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор 10 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 5 г/дм³.

Натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 50 г/дм³.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм³.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, 0,1 моль/дм³ раствор: 39,2 г соли Мора растворяют в небольшом объеме серной кислоты (1 : 9), переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки той же кислотой.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, 0,02 моль/дм³ раствор: готовят из фиксанала или 4,9037 г двухромовокислого калия, высушенного при 140°С, растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,001734 г хрома.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,02 моль/дм³ раствор: готовят из фиксанала или 3,2 г марганцовокислого калия растворяют в стакане вместимостью 500 см³ в 250 см³ прокипяченной и охлажденной воды, дают отстояться и сливают декантацией в колбу вместимостью 1000 см³. В стакан снова добавляют 250 см³ воды, хорошо перемешивают, дают раствору отстояться и вновь его декантируют в ту же колбу. Раствор в колбе доливают до метки водой, переносят в склянку из темного стекла и оставляют на 7—10 дней в темном месте.

2.2.1. *Установка массовой концентрации раствора марганцовокислого калия.*

0,1 г щавелевокислого натрия, высушенного при 100—105°С, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 100 см³ горячей воды, 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и титруют раствором марганцовокислого калия при постоянном перемешивании до появления слабо-розового окрашивания.

Поправочный коэффициент (K) для раствора марганцовокислого калия рассчитывают по формуле

$$K = \frac{m}{V \cdot 0{,}0067002},$$

где m — масса навески щавелевокислого натрия, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование см³;

0,0067002 — теоретическая масса щавелевокислого натрия, соответствующая 1 см³ 0,02 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия, г.

Массовая концентрация раствора (T) марганцовокислого калия вычисляется по формуле

$$T = 0{,}001734\ K,$$

где K — поправочный коэффициент;

0,001734 — теоретическая массовая концентрация 0,02 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия по хрому.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 20—25 см³ смеси кислот, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 30 см³ серной кислоты и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки стакана и снова упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 200 см³ воды, растворяют при нагревании, раствор переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³, ополаскивают стакан водой и разбавляют до 300 см³. Добавляют 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 10 см³ раствора надсернокислого аммония и кипятят до полного разрушения избытка надсернокислого аммония (до полного прекращения выделения пузырьков кислорода). Если в сплаве содержится марганец, то добавляют 5 см³ раствора хлористого натрия и снова кипятят до осветления раствора. Добавляют три-четыре капли раствора щавелевой кислоты. К охлажденному раствору добавляют из бюретки раствор соли Мора до перехода зеленой окраски в голубую и еще 10 см³ избытка.

Избыток соли Мора титруют раствором марганцовокислого калия до появления бледно-фиолетового окрашивания.

При потенциометрическом титровании окисление хрома и все дальнейшие операции проводят в стакане. Избыток соли Мора титруют потенциометрическим раствором двухромовокислого калия до скачка потенциала.

В обоих случаях в оттитрованный раствор добавляют точно такое же количество соли Мора и снова титруют раствором марганцовокислого калия или двухромовокислого калия, как указано выше.

2.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора марганцовокислого или двухромовокислого калия, затраченный в последнем титровании добавленного раствора соли Мора, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого или двухромовокислого калия, затраченный в первом титровании избытка соли Мора, см³;

T — массовая концентрация раствора марганцовокислого или двухромовокислого калия по хрому, г;

m — масса сплава, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений и результатов двух анализов не должны превышать 0,12% и 0,17% соответственно.

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.4. Титриметрический метод применяется в случае разногласий в оценке качества никелевых сплавов.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами хрома, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для хрома.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Хром металлический по ГОСТ 5905.

Хром сернокислый по ГОСТ 4472.

Стандартный раствор хрома: 0,1 г хрома растворяют при нагревании в 10 см³ соляной кислоты (1 : 1) или 0,48 г сернокислого хрома растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты (1 : 4).

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г хрома.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 0,1 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную кол-

бу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Аликвотную часть раствора пробы 10 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию хрома в пламени ацетилен-воздух при длине волны 357,9 нм параллельно с градуировочными растворами.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В четыре мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 8,0; 9,0; 10,0 и 11,0 см³ стандартного раствора хрома, что соответствует 0,8; 0,9; 1,0 и 1,1 мг хрома, и доливают до метки водой. Измеряют атомную абсорбцию хрома, как указано в п. 3.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot K \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация хрома, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления.

3.4.2. Расхождение результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в п. 2.4.2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных титриметрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Богданова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.14—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4208—72	2.2
ГОСТ 4220—75	2.2
ГОСТ 4233—73	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4472—78	3.2
ГОСТ 5839—77	2.2
ГОСТ 5905—79	3.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 22180—76	2.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1; 2.4.3, 3.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. И Морозова*

Сдано в наб. 30.06.92. Подп. в печ. 24.07.92. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,39. Тир. 684 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1319