

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
Методы определения азота

Metallic chrome.
 Methods for determination of nitrogen

ГОСТ
13020.7-85

(СТ СЭВ 4508-84)

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

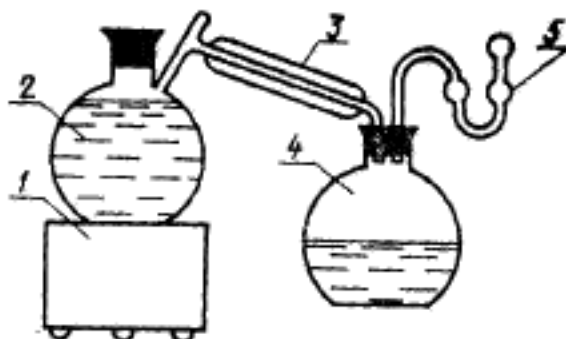
Метод основан на переводе азота, находящегося в металлическом хроме в виде химически связанного и в атомарном состоянии, в аммонийные соли. Азот отгоняют в виде аммиака дистилляцией из щелочного раствора. Выделяющийся при этом аммиак поглощают раствором борной кислоты. Образовавшийся борат аммония титруют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

281-95
 3



2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

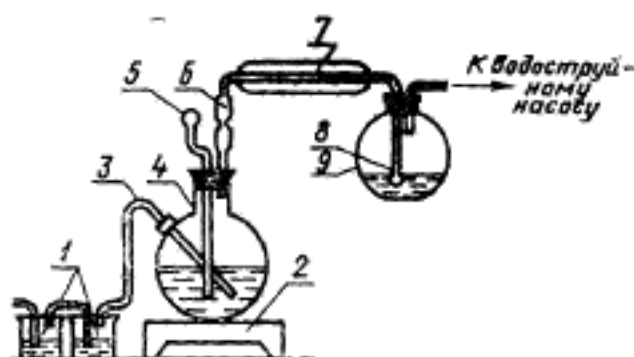
Установка для получения бидистиллята (черт. 1).



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

Черт. 1

Установка для определения азота (черт. 2).



1—стаканки, заполненные водой и серной кислотой; 2—электроплитка; 3—стеклянная трубка диаметром 6—7 мм; 4—двухгорловая 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 деионизованная.

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 гидроксида калия и 0,5 см³ реактива Несслера. Если вода не окрасилась в желтый цвет, она может быть использована для анализа.

Воду хранят в стеклянной бутылке 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 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³, приготовленный из фиксанала соответствующим разбавлением водой.

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

Массовую концентрацию раствора серной кислоты $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ 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 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Массовую концентрацию раствора серной кислоты $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ 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 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

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

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

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, см³;

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

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, 40 %-ный раствор: в колбу вместимостью 5 дм³ помещают 1 кг гидроксида натрия, 10—20 г цинка, 2—3 г медной проволоки и приливают 2,7 дм³ воды. Раствор кипятят до тех пор, пока его объем не достигнет 2,5 дм³. Раствор хранят в закрытых полиэтиленовых бутылках.

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.

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

Реактив Несслера: 12,5 г йодистого калия растворяют в 15 см³ воды, к раствору прибавляют 17,5 г йодистой ртути и перемешивают до полного растворения красного осадка. К полученному раствору приливают 445 см³ раствора гидроксида 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 см³

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 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ 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.
