

ФЕРРОХРОМ

Метод определения азота

Ferrochrome. Method for the determination of nitrogen

ГОСТ
21600.6—83

[СТ СЭВ 3612—82]

Взамен
ГОСТ 21600.6—76

ОКП 08 4000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1983 г. № 2423 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения азота в феррохроме (при массовой доле азота от 0,01 до 8,0%).

Метод основан на растворении навески феррохрома в неокисляющих кислотах, в результате чего в растворе образуются аммонийные соли. Последние разлагаются гидроокисью натрия с выделением аммиака. Выделяющийся при этом аммиак поглощают раствором борной кислоты. Образовавшийся борат аммония титруют раствором серной кислоты в присутствии смешанного индикатора.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3612—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

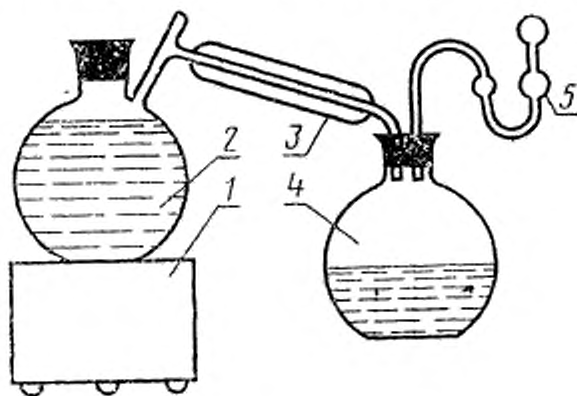
1.2. Лабораторная проба — по ГОСТ 24991—81 и ГОСТ 23176—78 с дополнениями, указанными в табл. 1.

Таблица 1

Группа феррохрома по ГОСТ 4757—79	Приготовление пробы
Низкоуглеродистый, среднеуглеродистый и азотированный с массовой долей азота менее 4%	Стружка толщиной 0,1—0,2 мм, размельченная в агатовой ступке до крупности частиц, проходящих через сито с сеткой № 1,6 по ГОСТ 6613—73
Углеродистый и азотированный с массовой долей азота 4% и более	Тонкий порошок с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 008 по ГОСТ 6613—73

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для получения бидистиллята (черт. 1).



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

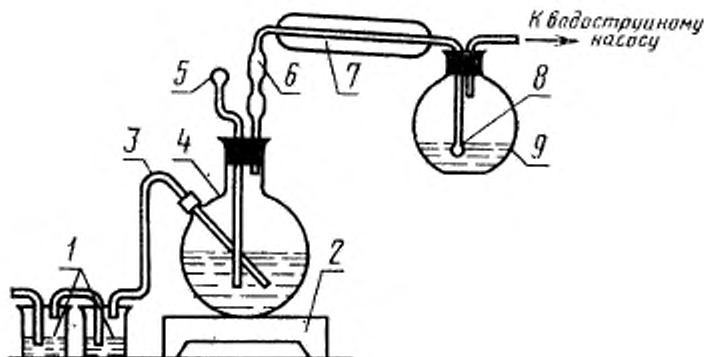
Черт. 1

Установка для определения азота (черт. 2).

Допускается применение установок другого типа.

Установка состоит из двух очистительных склянок 1, заполненных одна серной кислотой, другая водой; электролитки 2; стеклянной трубки 3 диаметром 6—7 мм; двугорловой колбы 4, вместимостью 1 дм³; воронки 5; кварцевого дефлегматора 6; кварцевого холодильника 7; кварцевого барботера 8; колбы-приемника дистиллята 9.

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



Черт. 2

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.

Дистиллированная вода, очищенная от ионов аммония, должна применяться в ходе анализа и для приготовления всех растворов, используемых для определения содержания азота.

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

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°C в 300 см³ воды и полученный раствор фильтруют через складчатый фильтр в фарфоровую чашку, охлаждаемую льдом или водой до 5°C. 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 растворы, приготовленные из фиксаналя соответствующим разбавлением водой, с молярной концентрацией эквивалента 0,02 и 0,002 моль/дм³.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты по тетраборнокислому или углекислому натрию.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,02$ моль/дм³ по тетраборнокислому натрию: навеску тетраборнокислого натрия массой 0,1 г помещают в кол-

бу вместимостью 250 см³, растворяют в 150 см³ воды, прибавляют несколько капель индикаторной смеси и титруют раствором серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,02$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ по тетраборнокислому натрию: навеску тетраборнокислого натрия массой 0,1 г растворяют в 50 см³ воды и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 10 см³ раствора переносят в колбу вместимостью 250 см³, приливают 150 см³ воды, прибавляют несколько капель индикаторной смеси и титруют раствором серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,02$ моль/дм³ по углекислому натрию: навеску углекислого натрия массой 0,1 г растворяют в 50 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 25 см³ раствора переносят в колбу вместимостью 250 см³, приливают 150 см³ воды, прибавляют несколько капель индикаторной смеси и титруют раствором серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,02$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

Устанавливают массовую концентрацию раствора серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ по углекислому натрию: навеску углекислого натрия массой 0,1 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 индикаторной смеси и титруют раствором серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ до перехода окраски из зеленой в фиолетовую.

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

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

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

V_2 — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

28 — молекулярная масса азота;

m_1 — молекулярная масса тетраборнокислого натрия, равная 381,44 или углекислого натрия, равная 106.

Калия или натрия гидроокись, 40%-ный раствор. В колбу вместимостью 5 дм³ помещают 1 кг сухой гидроокиси калия или натрия, 10—20 г гранулированного цинка, кусочек медной проволоки (медно-цинковая пара) и приливают 2,7 дм³ бидистиллированной 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.

Медь металлическая.

Цинк металлический гранулированный.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Ртуть йодная.

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

Реактив Нesslerа: 12,5 г йодистого калия растворяют в 15 см³ воды, к раствору прибавляют 17,5 г йодной ртути и перемешивают до полного растворения красного осадка. К полученному раствору приливают 445 см³ раствора гидроокиси калия, перемешивают и дают отстояться осадку в течение трех дней. Прозрачный раствор декантируют и хранят в склянке из темного стекла.

Растворы и реактивы готовят, хранят и проводят анализ в помещениях, атмосфера которых свободна от аммонийных солей и окислов азота.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Первый (холостой) отгон проводят для очистки системы (черт. 2). С этой целью подают воду в холодильник 7 и подключают водоструйный насос. В реакционную колбу 4 наливают 100 см³ 40%-ного раствора гидроокиси калия или натрия, 200 см³ бидистиллированной воды, в приемник 9 наливают 10 см³ раствора борной кислоты, проверяют систему на герметичность и нагревают реакционную колбу до тех пор, пока в приемнике не соберется 100 см³ дистиллята.

3.2. Навеску феррохрома массой, установленной табл. 2, (в зависимости от массовой доли азота) помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1 : 4), закрывают колбу ловушкой, наполненной серной кислотой (1 : 100) и растворяют навеску при нагревании до прекращения выделения пузырьков газа.

Таблица 2

Массовая доля азота, %	Масса навески, г
От 0,01 до 0,2 включ.	0,5
Св. 0,2 » 1,0 »	0,25
» 1,0 » 4,0 »	0,2
» 4,0 » 8,0 »	0,1

Если растворение навески неполное, то нерастворившийся остаток отфильтровывают на плотный фильтр, асбест или центрифугируют, промывают 4—5 раз горячей серной кислотой (1 : 100), собирают фильтрат и промывные воды в чистую колбу и сохраняют.

В колбу, в которой проводилось растворение навески, насыпают 10 г сернокислого калия 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 расплав принимает густую консистенцию зеленого цвета без видимых частиц остатка.

Плав охлаждают, приливают первоначальный фильтрат и соли растворяют при нагревании. К аппаратуре присоединяют приемник, в котором находится 50 см³ раствора борной кислоты. Подготовленный и охлажденный анализируемый раствор осторожно переносят через капельную воронку установки для определения азота (черт. 2) в реакционную колбу с предварительно налитой в нее очищенной щелочью, как указано в п. 3.1.

Колбу и капельную воронку ополаскивают 100 см³ бидистиллированной воды, нагревают реакционную колбу на электроплитке до температуры 200—250°C и отгоняют 200 см³ дистиллята в приемник.

Нагревание прекращают, отсоединяют колбу-приемник от системы, обмывают барботер 8 бидистиллированной водой и титруют растворами серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002$ моль/дм³ при массовой доле азота от 0,01 до 0,2% и с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,02$ моль/дм³ при массовой доле азота от 0,2 до 8,0%.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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 навески феррохрома, 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.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля азота, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,005
Св. 0,02 " 0,05 "	0,007
" 0,05 " 0,10 "	0,01
" 0,10 " 0,25 "	0,02
" 0,25 " 0,50 "	0,03
" 0,50 " 1,0 "	0,04
" 1,0 " 2,0 "	0,06
" 2,0 " 3,0 "	0,08
" 3,0 " 4,0 "	0,10
" 4,0 " 5,0 "	0,12
" 5,0 " 6,0 "	0,14
" 6,0 " 8,0 "	0,16

Изменение № 1 ГОСТ 21600.6—83 Феррохром. Метод определения азота

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.09.88 № 3198

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 08 4000 на ОКСТУ 0809.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87.

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86; исключить ссылку: ГОСТ 23176—78.

Раздел 2. Заменить слова: «15 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³» (2 раза); «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³»; «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³»; исключить ссылку: ГОСТ 5853—51.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли азота приведены в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля азота, %	Δ , %	Допускаемые расхождения, %			δ , %
		d_k	d_1	d_2	
От 0,01 до 0,02 включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,003
Св. 0,02 » 0,05 »	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,010	0,008	0,010	0,005
» 0,10 » 0,2 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010
» 0,2 » 0,5 »	0,024	0,030	0,025	0,030	0,016
» 0,5 » 1,0 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
» 2,0 » 5 »	0,10	0,12	0,10	0,12	0,06
» 5 » 8 »	0,13	0,16	0,13	0,16	0,08

(ИУС № 1 1989 г.)