

**НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ**

---

**Сталь та чавун  
Методи визначення хрому****Steel and iron  
Methods for determination of chromium**

---

Чинний від \_\_\_\_\_

**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки хрому в сталі та чавуні: фотометричний (від 0,01 % до 0,50 %), титриметричний (від 0,1 % до 35,0 %) та атомно-абсорбційний (від 0,01 % до 5,00 %).

**2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ**

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4221-2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ ГОСТ 5905:2009 (ІСО 10387:1994) Хром металевий. Технічні вимоги і умови постачання

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева та чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ДСТУ<sup>1)</sup> Чавун, сталь, феросплави, хром, марганець металеві,. Загальні вимоги до методів аналізу

**3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ**

**3.1** Загальні вимоги до методів аналізу згідно з ДСТУ7749, ДСТУ<sup>1)</sup>.

**3.2** Норми точності і нормативи контролю точності визначення масової частки хрому наведені у розділі 7.

**4 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ХРОМУ ВІД 0,01 % ДО 0,50 %**

---

<sup>1)</sup> На розгляді

---

## ДСТУ

**4.1** Метод ґрунтується на окисленні дифенілкарбазиду хромом (VI) в сірчаноокислому середовищі й утворенні забарвленої в червоно-фіолетовий колір спо-

луки та подальшому вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину за довжини хвилі 546 нм або в інтервалі довжини хвиль від 530 нм до 550 нм.

Вплив заліза (III) усувають додаванням ортофосфорної кислоти. У разі визначення хрому в сталі та чавуні з масовою часткою марганцю більше ніж 1 %, а також визначення хрому менше ніж 0,1 % залізо, марганець й інші елементи, що заважають аналізуванню, відокремлюють осаджуванням вуглекислим натрієм.

## 4.2 Апаратура, реактиви та розчини

**Спектрофотометр або фотоелектроколориметр.**

**Кислота сірчана** - згідно з чинною нормативною документацією (НД), розведена 1:1 та 1:4.

**Кислота соляна** - згідно з чинною НД.

**Кислота азотна** - згідно з чинною НД.

**Кислота ортофосфорна** - згідно з чинною НД і розведена 1:2.

**Суміш кислот:** до 700 см<sup>3</sup> води обережно, безперервно перемішуючи, додають 150 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, охолоджують, додають 150 см<sup>3</sup> ортофосфорної кислоти та перемішують.

**Кислота оцтова** - згідно з чинною НД.

**Срібло азотнокисле** - згідно з чинною НД, розчин з масовою концентрацією 2 г/дм<sup>3</sup>; зберігати в посуді з темного скла.

**Спирт етиловий ректифікований** - згідно з ДСТУ 4221.

**Амоній надсірчаноокислий** - згідно з чинною НД, розчин з масовою концентрацією 200 г/дм<sup>3</sup>.

**1,5 - Дифенілкарбазид**, розчин з масовою концентрацією 1 г/дм<sup>3</sup>, свіжоприготований: 0,1 г дифенілкарбазиду розчиняють у 10 см<sup>3</sup> оцтової кислоти, додають 50 см<sup>3</sup> етилового спирту і доливають водою до 100 см<sup>3</sup>.

**Залізо карбонільне радіотехнічне** - згідно з чинною НД.

**Натрій вуглекислий** - згідно з чинною НД, розчин з масовою концентрацією 300 г/дм<sup>3</sup>.

**Калій марганцевоокислий** - згідно з чинною НД, розчин з масовою концентрацією 10 г/дм<sup>3</sup>.

**Калій двохромовокислий** - згідно з чинною НД.

**Стандартні розчини хрому.**

**Розчин А:** 0,2829 г перекристалізованого й висушеного за температури (140-160) °С до сталої маси двохромовокислого калію розчиняють у 250 см<sup>3</sup> води в мірній колбі місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> розчину А містить 0,0001 г хрому. Термін зберігання розчину 3 міс.

**Розчин Б:** 50 см<sup>3</sup> розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, доливають до позначки водою та перемішують.

1 см<sup>3</sup> розчину Б містить 0,00005 г хрому; розчин готують безпосередньо перед використанням.

**Розчин В:** 10 см<sup>3</sup> розчину Б вміщують у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> розчину В містить 0,000005 г хрому.

### 4.3 Аналізування

**4.3.1 Без відокремлення вуглекислим натрієм (за масовою часткою хрому від 0,1 % до 0,5 %).**

**4.3.1.1** Наважку сталі або чавуну масою 0,1 г вміщують у конічну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, додають 20 см<sup>3</sup> суміші кислот, накривають годинниковим склом (далі - скло) і розчиняють, повільно нагріваючи. Після розчинення наважки обмивають скло над колбою невеликою кількістю води, додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину, кип'ятять до видалення оксидів азоту й охолоджують.

Якщо утворився осад (графіт або кремнієва кислота), розчин фільтрують на фільтр «біла стрічка» та промивають фільтр з осадом (5 – 6) разів гарячою водою, збираючи фільтрат і промивні води. Фільтр з осадом відкидають, а фільтрат випарюють до об'єму (50 – 60) см<sup>3</sup>. В охолодженій розчин додають 5 см<sup>3</sup> розчину азотнокислого срібла та 10 см<sup>3</sup> розчину надсірчаноокислого амонію, повільно нагрівають до появи рожевого забарвлення та кип'ятять до повного руйнування надсірчаноокислого амонію. Потім розчин охолоджують, переливають у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують.

У мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup> вміщують аліквотну частину розчину 10 см<sup>3</sup>, додають 2 см<sup>3</sup> ортофосфорної кислоти, розведеної 1:2, 15 см<sup>3</sup> води й 5 см<sup>3</sup> розчину дифенілкарбазиду, доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину забарвленого розчину одразу вимірюють на спектрофотометрі за довжиною хвилі 546 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 530 нм до 550 нм. Якщо в пробі присутній ванадій, величину оптичної густини вимірюють через (10 – 15) хв. Унаслідок малої стійкості комплексу одночасно готують (4 – 5) проб.

Для готування розчину порівняння у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup> вміщують 20 см<sup>3</sup> води, 2 см<sup>3</sup> суміші кислот, 5 см<sup>3</sup> розчину дифенілкарбазиду, доливають водою до позначки та перемішують.

Одночасно з аналізуванням проби проводять контрольний дослід. Значення оптичної густини контрольного дослідку віднімають від значення оптичної густини розчину аналізованої проби.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком.

#### **4.3.1.2 Побудова градувального графіка**

У шість конічних колб місткістю 100 см<sup>3</sup> вміщують по 0,1 г карбонільного заліза. У п'ять з них послідовно додають 1, 2, 5, 10, 12 см<sup>3</sup> стандартного розчину Б, що відповідає 0,00005; 0,00010; 0,00025; 0,00050; 0,00060 г хрому. Шоста наважка служить для проведення контрольного дослідку. У всі колби додають по 20 см<sup>3</sup> суміші кислот і далі виконують аналізування, як зазначено у 4.3.1.1.

## ДСТУ

За знайденими значеннями оптичної густини й відповідними до них значеннями маси хрому будують градувальний графік у координатах оптична густина – масова частка хрому, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина – масова частка хрому, у відсотках.

### 4.3.1.3 Опрацювання результатів

Масову частку хрому  $X_1$ , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

де  $m_1$  - маса хрому, визначена за градувальним графіком, г;

$m$  - маса наважки проби, г.

### 4.3.2 Із відокремленням вуглекислим натрієм (за масовою часткою хрому від 0,01 % до 0,50 %).

**4.3.2.1** Наважку сталі або чавуну залежно від масової частки хрому та відповідно до таблиці 1 вміщують у стакан місткістю 200 см<sup>3</sup>, доливають 20 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:4, і розчиняють, повільно нагріваючи. Далі додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та (1 – 2) см<sup>3</sup> у надлишок. Розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту та випарюють до появи парів сірчаної кислоти.

Якщо наважка проби не розчиняється у сірчаній кислоті, її розчиняють у 10 см<sup>3</sup> соляної кислоти, додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та (3 – 5) см<sup>3</sup> у надлишок, розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту та охолоджують. Потім до розчину додають 5 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:1, й випарюють до появи її парів. Після охолодження стінки стакану обмивають водою та знову випарюють розчин до парів сірчаної кислоти.

Вміст стакану охолоджують, розчиняють солі у (50-60) см<sup>3</sup> води, нагріваючи. У гарячий розчин додають 2 см<sup>3</sup> розчину марганцевокислого калію, кип'ятять до повного випадіння осаду діоксиду марганцю та додають (30-50) см<sup>3</sup> води. Потім обережно, невеликими порціями, безперервно перемішуючи, додають 30 см<sup>3</sup> розчину вуглекислого натрію та витримують на теплій плиті (20 – 30) хв.

Таблиця 1

Масова частка хрому, %					Маса наважки, г	Аліквотна частина розчину, см <sup>3</sup>
Від	0,01	до	0,05	включ.	0,2	50
Понад	0,05	«	0,10	«	0,2	20
«	0,1	«	0,3	«	0,2	10
«	0,3	«	0,5	«	0,1	10

Розчин з осадом охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 250 см<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують. Частину розчину відфільтровують на сухий фільтр «біла стрічка» у суху колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Аліквотну частину розчину, залежно від масової частки хрому та відповідно до таблиці 1 вміщують у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, додають 3 см<sup>3</sup> сірчаної

кислоти, розведеної 1:4, розчин перемішують й охолоджують. Потім додають 5 см<sup>3</sup> розчину дифенілкарбазиду, перемішують, доливають водою до позначки та знову перемішують.

Оптичну густина розчину вимірюють через 5 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 546 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 530 нм до 550 нм. Якщо в пробі присутній ванадій, величину оптичної густини вимірюють через (10 - 15) хв.. Унаслідок малої стійкості комплексу одночасно готують (4 – 5) проб.

Як розчин порівняння використовують воду.

Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів. Від значень оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини контрольного дослід.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком.

#### **4.3.2.2 Побудова градувального графіка**

У сім мірних колб місткістю 100 см<sup>3</sup> послідовно додають 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10 см<sup>3</sup> стандартного розчину В, що відповідає 2,5; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0 мкг хрому. У кожну колбу додають 3 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:4, 5 см<sup>3</sup> розчину дифенілкарбазиду, перемішують, доливають водою до позначки та знову перемішують.

Оптичну густина розчину вимірюють через 5 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 546 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 530 нм до 550 нм.

Для готування розчину порівняння в мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, безперервно перемішуючи, додають (25 – 30) см<sup>3</sup> води, 3 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:4, 5 см<sup>3</sup> дифенілкарбазиду, доливають водою до позначки та перемішують.

За знайденими значеннями оптичної густини розчинів і відповідними до них значеннями маси хрому будують градувальний графік у координатах оптична густина – маса хрому, у грамах.

Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина – масова частка хрому, відсотках.

#### **4.4 Опрацювання результатів**

**4.4.1** Масову частку хрому  $X_2$ , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

де  $m_1$  - маса хрому в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;

$m$  - маса наважки проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г.

## **5 ТИТРИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ХРОМУ ВІД 0,1 % ДО 35,0 %**

**5.1** Метод ґрунтується на окисленні хрому (III) надсірчаноокислим амонієм до хрому (VI) у сірчаноокислому середовищі в присутності азотнокислого срібла. Хромову кислоту відновлюють розчином солі заліза (II) й установлюють кінцеву

## ДСТУ

точку титрування потенціометрично або візуально. В останньому випадку надлишок заліза (II) відтитровують розчином марганцевокислого калію.

### 5.2 Апаратура, реактиви та розчини

**Установка для потенціометричного титрування**, що складається:

- з пари електродів - індикаторного (платинового) і електрода порівняння (каломельного, хлорсрібного або вольфрамового);
- магнітної або механічної мішалки;
- мілівольметра постійного струму або рН-метра, який дає змогу чітко фіксувати зміну потенціалу в кінцевій точці еквівалентності під час титрування з обраною парою електродів. За потреби до приладу послідовно вмикають змінний опір, який дає змогу виконувати вимірювання в межах шкали приладу.

**Кислота соляна** - згідно з чинною НД.

**Кислота азотна** - згідно з чинною НД.

**Кислота сірчана** - згідно з чинною нормативною документацією (НД) і розведена 1:1, 1:4 та 1:20.

**Кислота ортофосфорна** - згідно з чинною НД.

**Суміш кислот:** до 720 см<sup>3</sup> води обережно, безперервно перемішуючи, додають 200 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, охолоджують і додають 80 см<sup>3</sup> ортофосфорної кислоти та перемішують.

**Кислота фтористоводнева** - згідно з чинною НД.

**Срібло азотнокисле** - згідно з чинною НД, розчин масовою концентрацією 2 г/дм<sup>3</sup>; зберігають у посуді з темного скла.

**Амоній надсірчаноокислий** - згідно з чинною НД, розчин масовою концентрацією 250 г/дм<sup>3</sup> свіжоприготований.

**Натрій хлористий** - згідно з чинною НД, розчин масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>.

**Натрій азотистоокислий** - згідно з чинною НД, розчин масовою концентрацією 20 г/дм<sup>3</sup>.

**Натрій щавлевоокислий безводний** - згідно з чинною НД.

**Марганець (II) сірчаноокислий 5-водний** - згідно з чинною НД, розчин масовою концентрацією 5 г/дм<sup>3</sup>.

**Сечовина** - згідно з чинною НД; свіжоприготований розчин масовою концентрацією 100 г/дм<sup>3</sup>.

**Калій марганцевоокислий** - згідно з чинною НД, розчин масовою концентрацією 20 г/дм<sup>3</sup>.

**Калій піросірчаноокислий** - згідно з чинною НД.

**Калій двохромовоокислий** - згідно з чинною НД, перекристалізований і висушений за температури (180 - 200) °С до сталої маси.

**Сіль оксиду заліза (II) і амонію подвійна сірчаноокисла (сіль Мора)** - згідно з чинною НД.

**Стандартний розчин А солі Мора** молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: сіль Мора кількістю 40 г розчиняють у 200 дм<sup>3</sup> сірчаної кислоти,

розведеної 1:20, розчин переливають у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають до позначки сірчаною кислотою, розведеною 1:20 та перемішують.

**Стандартний розчин Б солі Мора** молярною концентрацією еквівалента 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 500 см<sup>3</sup> стандартного розчину А переносять у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають сірчаною кислотою, розведеною 1:20, до позначки та перемішують.

Масову концентрацію розчину солі Мора (Т) встановлюють за стандартним розчином хрому (VI) або за наважкою безводного двохромовоокислого калію, висушеного за температури (180 - 200) °С до сталої маси. Наважку двохромовоокислого калію масою (0,1000-0,2000) г вміщують у стакан місткістю 400 см<sup>3</sup> і розчиняють у 200 см<sup>3</sup> води доливають, додають 40 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:4, та 5 см<sup>3</sup> ортофосфорної кислоти й перемішують. У стакан із розчином занурюють електроди, вмикають мішалку та швидко додають розчин солі Мора до одержання слабо-жовтого забарвлення. Потім розчин солі Мора додають повільно краплями, записуючи об'єм розчину в бюретці та показання приладу після додавання кожної краплі розчину. Об'єм розчину в бюретці, що відповідає максимальній зміні показання приладу, вважають за об'єм, витрачений на титрування.

Масову концентрацію розчину солі Мора  $T$ , виражену в грамах хрому на 1 см<sup>3</sup> розчину, обчислюють за формулою:

$$T = \frac{m \cdot 0,3535}{V}, \quad (3)$$

де  $m$  - маса наважки двохромовоокислого калію, г;

0,3535 - коефіцієнт перерахування двохромовоокислого калію на хром;

$V$  - об'єм розчину солі Мора, витрачений на титрування, см<sup>3</sup>.

#### **Стандартні розчини калію марганцевоокислого:**

**Розчин А:** розчин з молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: 31,6 г марганцевоокислого калію розчиняють в 1 дм<sup>3</sup> води, розчин переносять у склянку з темного скла місткістю 10 дм<sup>3</sup>, доливають водою до об'єму 10 дм<sup>3</sup>, закривають притертою пробкою, ретельно перемішують і залишають на (7 – 10) діб. Потім розчин фільтрують на прожарений азбестовий фільтр або воронку з пористою пластинкою, або обережно зливають сифоном, який не доходить до дна склянки на (10-15) мм, в іншу посудину з темного скла. Розчин зберігають у цій посудині, забезпечують її сифонною трубкою та безпосередньо з'єднують із бюреткою.

**Розчин Б:** розчин з молярною концентрацією еквівалента 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 15,8 г марганцевоокислого калію розчиняють в 1 дм<sup>3</sup> води й далі виконують, як при готуванні розчину А.

Масову концентрацію стандартного розчину марганцевоокислого калію  $T$  встановлюють за безводним шавлевокислим натрієм, висушеним за температури (105-110)°С до сталої маси.

Наважку шавлевокислого натрію масою 0,2000 г розчиняють, нагріваючи в 100 см<sup>3</sup> води, додають 15 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:1, нагрівають у межах

## ДСТУ

температури (70 – 80) °С і титрують розчином марганцевокислого калію до появи стійкого, протягом 1 хв, рожевого забарвлення.

Масову концентрацію розчину марганцевокислого калію  $T$ , виражену в грамах хрому на 1 см<sup>3</sup> розчину, обчислюють за формулою

$$T = \frac{0,2588 \cdot m}{V}, \quad (4)$$

де 0,2588 - коефіцієнт перерахування щавлевокислого натрію на хром;

$m$  - маса наважки щавлевокислого натрію, г;

$V$  - об'єм розчину марганцевокислого калію, витрачений на титрування, см<sup>3</sup>.

Установлюють співвідношення  $K$  об'ємів розчинів солі Мора та марганцевокислого калію таким чином: у конічну колбу місткістю 500 см<sup>3</sup>, додають із бюретки 25 см<sup>3</sup> розчину солі Мора, доливають 250 см<sup>3</sup> води, 60 см<sup>3</sup> суміші кислот і титрують розчином марганцевокислого калію до появи слабо-рожевого забарвлення, стійкого протягом двох-трьох хвилин.

Співвідношення обчислюють за формулою:

$$K = \frac{V_1}{V_2}, \quad (5)$$

де  $V_1$  — об'єм розчину марганцевокислого калію, витрачений на титрування розчину солі Мора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — об'єм розчину солі Мора, взятого для титрування, см<sup>3</sup>.

Співвідношення встановлюють тричі й беруть середнє значення.

### 5.3 Аналізування

**5.3.1** Наважку сталі або чавуну залежно від масової частки хрому та відповідно до таблиці 2 вміщують у конічну колбу або стакан місткістю 500 см<sup>3</sup> – 600 см<sup>3</sup>, додають (60-70) см<sup>3</sup> суміші кислот і розчиняють, повільно нагріваючи. Після повного розчинення додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та (2 – 3) см<sup>3</sup> у надлишок і кип'ятять до повного руйнування карбідів та видалення оксидів азоту.

Таблиця 2

	Масова частка хрому, %				Маса наважки, г
Від	0,1	до	1,0	включ.	1,0
Понад	1,0	«	5,0	«	0,5
«	5,0	«	10,0	«	0,25
«	10,0	«	35,0	«	0,2

Якщо наважка проби не розчиняється в суміші кислот, її розчиняють у (20-30) см<sup>3</sup> соляної кислоти, додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та (3 – 5) см<sup>3</sup> у надлишок, розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту. Потім до розчину додають (50-60) см<sup>3</sup> суміші сірчаної та ортофосфорної кислот (у разі присутності в пробі вольфраму більше ніж 5 %, додають ще (5-10) см<sup>3</sup> ортофосфорної кислоти) й випарюють до появи парів



сірчаної кислоти. Стінки стакану обмивають водою та знову випарюють розчин до парів сірчаної кислоти.

Вміст стакану охолоджують, підливають 100 см<sup>3</sup> води та нагрівають до розчинення солей. У разі аналізування проб, що містять велику кількість карбідів, нерозчинний залишок відфільтровують на фільтр «біла стрічка», який містить невелику кількість беззольної фільтропаперової маси. Фільтр з осадом промивають (5 - 6) разів гарячою водою, збираючи фільтрат і промивні води в колбу чи стакан місткістю (500 – 600) см<sup>3</sup>.

Фільтр із осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолують і прожарюють за температури (900 – 950)°С та охолоджують. Потім осад змочують (3 – 5) краплями води, підливаючи її по стінках тигля, додають (3 - 4) краплі сірчаної кислоти і доливають (3–4) см<sup>3</sup> фтористоводневої кислоти. Вміст тигля обережно, не допускаючи кипіння, випарюють до припинення виділення білих парів сірчаної кислоти, прожарюють за температури (550 – 600)°С, охолоджують і сплавляють з (2-3) г піросірчаноокислого калію. Після цього тигель з плавом охолоджують, вміщують у стакан місткістю 300 см<sup>3</sup> і плав вилуговують, нагріваючи, у (30-40) см<sup>3</sup> води. Отриманий розчин приєднують до основного фільтрату.

Під час аналізування сталі або чавуну з масовою часткою марганцю менше ніж 0,1 % до розчину додають 1 см<sup>3</sup> розчину сірчаноокислого марганцю.

Аналізований розчин розбавляють гарячою водою до об'єму (200 – 250) см<sup>3</sup>, додають (10-15) см<sup>3</sup> розчину азотнокислого срібла, (30-40) см<sup>3</sup> розчину надсірчаноокислого амонію та нагрівають до кипіння. Поява малинового забарвлення марганцевої кислоти, що утворюється, свідчить про повне окислення хрому (III) до хрому (VI). Розчин кип'ятять до повного руйнування надсірчаноокислого амонію, додають 10 см<sup>3</sup> розчину хлористого натрію і обережно продовжують кип'ятіння до зникнення малинового і появи жовтого забарвлення. Якщо розчин з осадом набуває бурого кольору, необхідно додати (1–2) см<sup>3</sup> розчину хлористого натрію та продовжувати кип'ятити до одержання чистого жовтого забарвлення. Розчин охолоджують у проточній воді до кімнатної температури, перемішують і титрують, як зазначено в 5.3.2 або 5.3.3.

### **5.3.2 Візуальне титрування**

У колбу з аналізованим розчином додають із бюретки, безперервно перемішуючи, стандартний розчин А солі Мора до переходу забарвлення з жовтого в зелений та (7 – 10) см<sup>3</sup> у надлишок. Надлишок розчину солі Мора одразу відтитровують стандартним розчином А марганцевоокислого калію до появи рожевого забарвлення, стійкого протягом двох – трьох хвилин.

За масової частки хрому в аналізованій пробі менше ніж 2 % для титрування застосовують стандартний розчин Б солі Мора з молярною концентрацією еквівалента 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

### **5.3.3 Потенціометричне титрування**

У стакан з аналізованим розчином занурюють електроди, вмикають мішалку та додають розчин А солі Мора спочатку швидко до отримання слабо-жовтого забарвлення, потім повільно краплями до різкого стрибка потенціалу. Записують об'єм розчину в бюретці та показання приладу після додавання кожної краплі.

## ДСТУ

Об'єм розчину в бюретці, який відповідає максимальній зміні показання приладу, приймають за об'єм, витрачений на титрування.

У присутності ванадію спочатку відтитровують суму хрому і ванадію, потім додають краплями розчин марганцевокислого калію з масовою концентрацією 20 г/дм<sup>3</sup> до появи рожевого забарвлення, стійкого протягом двох хвилин. Надлишок марганцевокислого калію відновлюють (1 – 2) краплями розчину азотистоокислого натрію до зникнення рожевого забарвлення, додають 20 см<sup>3</sup> розчину сечовини, 25 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розведеної 1:1, (при цьому стрілка мілівольтметра повертається у вихідне положення) і титрують розчином солі Мора, додаючи його краплями, як зазначено вище. Різницю в об'ємах розчину в бюретці між першим і другим титруванням приймають за об'єм, витрачений на титрування хрому.

За масової частки хрому в аналізованій пробі менше ніж 2 % для титрування застосовують стандартний розчин Б солі Мора з масовою концентрацією еквівалента 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

### 5.4 Опрацювання результатів

**5.4.1** Під час візуального титрування масову частку хрому  $X_3$ , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{T(V \cdot K - V_1) \cdot 100}{m}, \quad (6)$$

де  $T$  - масова концентрація розчину марганцевокислого калію, виражена в грамах хрому на 1 см<sup>3</sup> розчину;

$V$  - об'єм розчину солі Мора, взятий для титрування, см<sup>3</sup>;

$K$  - коефіцієнт співвідношення між розчинами солі Мора і марганцевокислого калію;

$V_1$  - об'єм розчину марганцевокислого калію, витрачений на титрування, см<sup>3</sup>;

$m$  - маса наважки проби, г.

**5.4.2** Під час потенціометричного титрування масову частку хрому  $X_3$ , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (7)$$

де  $T$  - масова концентрація розчину солі Мора, виражена в грамах хрому на 1 см<sup>3</sup> розчину;

$V$  - об'єм розчину солі Мора, витрачений на титрування, см<sup>3</sup>;

$m$  - маса наважки аналізованої проби, г.

Масову частку хрому  $X_4$ , у відсотках, у присутності ванадію, обчислюють за формулою

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 100}{m} \quad (8)$$

де  $T$  - масова концентрація солі Мора, виражена у грамах хрому на 1 см<sup>3</sup> розчину;

$V_1$  - об'єм розчину солі Мора, витрачений на титрування хрому та ванадію, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - об'єм розчину солі Мора, витрачений на титрування ванадію, см<sup>3</sup>;  
 $m$  - маса наважки аналізованої проби, г.

## 6 АТОМНО-АБСОРБЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ХРОМУ ВІД 0,01 % ДО 5,00 %

### 6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на вимірюванні ступеня поглинання резонансного випромінювання вільними атомами хрому, що утворюються в наслідок розпилення аналізованого розчину в полум'ї повітря – ацетилен або оксид азоту (I) – ацетилен за довжини хвилі 357,9 нм.

### 6.2 Апаратура, реактиви та розчини

**Атомно-абсорбційний полуменевий спектрофотометр**- згідно з чинною нормативною документацією (НД).

**Лампа з порожнистим катодом для визначення хрому**- згідно з чинною НД.

**Компресор**, що подає стиснене повітря, чи балон зі стисненим повітрям .

**Ацетилен** - згідно з чинною НД.

**Оксид азоту (I) фармакопейний** - згідно з чинною НД.

**Кислота соляна** - згідно з чинною НД, розведена 1:1, 1:20 і 1:50.

**Кислота азотна** - згідно з чинною НД.

**Калій двохромовокислий** - згідно з чинною НД.

**Хром металевий марки Х99А, Х99Б, Х98,5, Х99А(Ч), Х99Б(Ч), Х98,5(Ч)** - згідно з ДСТУ ГОСТ 5905.

**Стандартні розчини хрому.**

**Розчин А:** 2,8290 г висушеного за температури 140 °С до сталої маси двохромовокислого калію розчиняють у 250 см<sup>3</sup> соляної кислоти, розведеної 1:20, у мірній колбі місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають тим самим розчином соляної кислоти до позначки та перемішують.

Розчин А можна приготувати з металевого хрому так: 1 г металевого хрому розчиняють, нагріваючи, у 20 см<sup>3</sup> соляної кислоти, потім обережно краплями додають (1 – 2) см<sup>3</sup> азотної кислоти й кип'ятять до видалення оксидів азоту. Розчин охолоджують, переливають у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> розчину А містить 0,001 г хрому.

**Розчин Б:** 100 см<sup>3</sup> розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> розчину Б містить 0,0001 г хрому.

**Розчин В:** 50 см<sup>3</sup> розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см<sup>3</sup> розчину В містить 0,00005 г хрому.

**Амоній хлористий** - згідно з чинною НД, розчин масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup>.

## ДСТУ

### **Залізо карбонільне радіотехнічне - згідно з чинною НД.**

Розчин масовою концентрацією 50 г/дм<sup>3</sup> готують так: 50 г карбонільного заліза розчиняють у 400 см<sup>3</sup> соляної кислоти, розведеної 1:1, потім додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання й упарюють до вологих солей. Додають (40 – 50) см<sup>3</sup> соляної кислоти й знову упарюють до вологих солей. Це повторюють ще раз. Солі розчиняють у 100 см<sup>3</sup> соляної кислоти, розведеної 1:1, охолоджують, переливають у мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup>, доливають водою до позначки, перемішують і фільтрують розчин на фільтр середньої щільності.

### **6.3 Готування приладу**

Прилад готують до аналізування відповідно до інструкції, яку додають до нього. Налаштовують спектрофотометр на резонансну лінію 357,9 нм або 425,4 нм, залежно від масової частки хрому, наведеної в таблиці 3. Після вмикання подавання газу та запалення пальника розпилюють воду в полум'ї й установлюють нульове показання приладу.

### **6.4 Аналізування**

**6.4.1** Наважку сталі або чавуну, залежно від масової частки хрому, відповідно до таблиці 3, вміщують у стакан місткістю 100 см<sup>3</sup> і розчиняють, нагріваючи в 15 см<sup>3</sup> соляної кислоти й 5 см<sup>3</sup> азотної кислоти. Розчин випарюють насухо, охолоджують, додають 5 см<sup>3</sup> соляної кислоти, 30 см<sup>3</sup> води та нагрівають до розчинення солей.

Якщо масова частка хрому становить від 0,01 % до 1,0 % аналізування виконують із всієї наважки проби. Розчин охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, додають 10 см<sup>3</sup> розчину хлористого амонію, доливають водою до позначки та перемішують.

Якщо проба містить від 1,0 % до 5,0 % хрому, розчин охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, доливають водою до позначки та перемішують. Аліквотну частину 20 см<sup>3</sup> відбирають у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, додають 4 см<sup>3</sup> соляної кислоти, 10 см<sup>3</sup> розчину хлористого амонію, доливають водою до позначки та перемішують.

Далі розчин фільтрують на сухий фільтр «біла стрічка» в суху конічну колбу, відкидаючи перші дві порції фільтрату.

Для готування розчину контрольного досліду в мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup> вміщують 5 см<sup>3</sup> соляної кислоти, 10 см<sup>3</sup> розчину хлористого амонію, доливають водою до позначки та перемішують.

Таблиця 3

Масова частка хрому, %	Маса наважки, г	Аналітична лінія, нм
Від 0,01 до 0,05 включ.	1,0	357,9
Понад 0,05 « 0,10 «	0,5	357,9
« 0,1 « 0,5 «	0,2	357,9
« 0,5 « 1,0 «	0,1	425,4
« 1,0 « 5,0 «	0,1	425,4

Аналізовані розчини розпиляють у порядку зростання абсорбції до одержання стабільних показань для кожного розчину, починаючи з контрольного. Перед розпиленням кожного розчину розпилюють воду для промивання системи та перевіряння нульової точки.

Від середнього значення абсорбції кожного аналізованого розчину віднімають середнє значення абсорбції контрольного дослідю.

Масу хрому визначають за градуювальним графіком.

#### 6.4.2 Побудова градуювального графіка

У сім мірних колб місткістю 100 см<sup>3</sup> вміщують по (20, 10 або 4 см<sup>3</sup> розчину карбонільного заліза залежно від наважки сталі або чавуну). В шість із них послідовно додають 1; 3; 5; 10; 15; 25 см<sup>3</sup> стандартного розчину В, що відповідає 0,00005, 0,00015; 0,00025; 0,00050; 0,00075; 0,00125 г хрому, додають 10 см<sup>3</sup> розчину хлористого амонію, доливають водою до позначки та перемішують. Далі аналізування виконують, як зазначено в 6.4.1. Сьому колбу використовують для контрольного дослідю.

За знайденими значеннями абсорбції розчинів і відповідними до них значеннями маси хрому будують градуювальний графік.

### 6.5 Опрацювання результатів

6.5.1 Масову частку хрому  $X_5$ , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (9)$$

де  $m_1$  - маса хрому, визначена за градуювальним графіком, г;

$m$  - маса наважки аналізованої проби, чи маса проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г.

## 7 НОРМИ ТОЧНОСТІ

7.1 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки хрому наведено в таблиці 3.

Таблиця 3

У відсотках

Масова частка хрому	Границя допустимої похибки результату в аналізі, $\Delta$	Допустима розбіжність			
		двох середніх результатів аналізу, виконаних у різних умовах, $D_2$	двох паралельних визначень, $d_2$	трьох паралельних визначень, $d_3$	результатів аналізу стандартного зразка від атестованого значення, $\delta$
Від 0,01 до 0,02 включ.	0,0028	0,0036	0,0030	0,0036	0,0018
Понад. 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
« 0,1 « 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

## ДСТУ

«	0,5	«	1,0	«	0,024	0,030	0,025	0,031	0,016
«	1,0	«	2,0	«	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
«	2,0	«	5,0	«	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
«	5,0	«	10	«	0,08	0,10	0,08	0,10	0,06
«	10	«	20	«	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1
«	20	«	35	«	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2

## 8 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

**8.1** До роботи з устаткуванням допускають осіб, які вивчили методика виконання вимірювань, інструкції з експлуатації устаткування, правила експлуатації електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і допущені до роботи в установленому на підприємстві (організації) порядку.

## 9 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

9.1 Під час аналізування треба дотримуватися вимог щодо безпеки, викладених в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях, і розроблених згідно з ДСТУ 7237 та чинними нормативними документами.

**9.2** Під час вимірювання на атомно-абсорбційному спектрофотометрі потрібно особливу увагу звернути на:

- вибухонебезпечність ацетилену;
- необхідність захисту очей оператора від ультрафіолетового випромінювання кольоровим склом;
- заповнення гідрозатвора водою.

Після закінчення роботи треба ретельно промити систему пальника водою, оскільки забруднений солями пальник може спричинити проскакування полум'я в середину пальника.

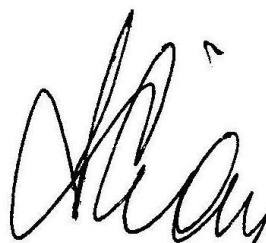
Код УКНД 77.080.01

---

**Ключові слова:** чавун, сталь, хром, фотометричний метод, титриметричний метод, атомно-абсорбційний метод, наважка, похибка, градувальний графік, розчин.

---

Генеральний директор  
ДП «УкрНТЦ «Енергосталь»



Д.В. Сталінський

Завідувач відділу екологічного  
моніторингу, стандартизації,  
метрології та якості  
НДІ «Енергосталь»



С.В. Спіріна

Керівник розробки,  
відповідальний виконавець,  
провідний науковий співробітник  
НДІ «Енергосталь»



Н.М. Грищенко

