

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА В ПОРОШКОВЫХ СПЛАВАХ НА НИКЕЛЕВОЙ  
ОСНОВЕ С ПОВЫШЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ХРОМА И БОРА

Существующие методики по определению азота в сталях и сплавах объемным методом с аспирацией, применяемые в лабораториях ЦНИИЧЕРМЕТА, НИИТАВТОПРОМА и др. использовались в нашей лаборатории с успехом для определения азота в сталях.

При анализе порошкового сплава на никелевой основе типа "Колманой" (табл. I) удовлетворительных результатов по указанной выше методике получить не удалось вследствие неполного разложения навески порошкового сплава, содержащего нитриды и карбонитриды с повышенной устойчивостью к разложению.

Опыты по растворению навески по методике для нитридов и карбонитридов, не разлагаемых кислотами (методом мокрого сплавления со смесью персульфата калия и сернокислого калия или сернокислого калия с серной кислотой) / I/ к удовлетворительным результатам также не привели.

В этой связи целью исследования ставилась разработка методики полного разложения нитридов и карбонитридов повышенной устойчивости в порошковых сплавах типа "Колманой" для дальнейшего определения азота объемным методом с аспирацией.

Т а б л и ц а I

Марка образца	Содержание элементов, %					
	Ni	C	Cr	Si	Fe	B
ПГ-ХН80 CP2-42 Основа	0,5-0,25	12-15	2-4	Не более 7	1,6-2,1	
ПГ ХН80 CP2-48 - " -	0,3-0,6	12-15	2-4	" -	2-2,8	
ПГ ХН80 CP2-52 - " -	0,3-0,6	12-15	2-4	" -	2-2,8	
ПГ ХН80 CP2- - " -	0,3-0,6	12-15	1,5-3	Не более 5	1,5-2,5	
ПГ ХН80 CP3 - " -	0,4-0,8	12-16	2,5-4,5	" -	2-3	
ПГ ХН80 CP4 - " -	0,6-1,0	13-17	3-5	" -	2,5-4,5	

Для разложения трудноразрушающихся нитридов и карбонитридов в исследуемых порошках предложено применение энергичных плавней типа  $K_2S_2O_7$  (пиросерноокислый калий). Его выбор обусловлен тем, что пиросерноокислый калий обладает сильным окислительным свойством благодаря наличию связи  $S-O-S$  ( $KO-SO_2-O-SO_2-OK$ ). Потеря активного кислорода наступает при  $130^\circ C$ , а около  $250^\circ C$  начинается отщепление  $SO_3$ , которая характеризуется сильными окислительными свойствами (восстанавливается обычно до  $SO_2$ ). Молекула  $SO_3$  имеет структуру плоского треугольника с атомом серы в центре ( $d(SO) = 1,43 \text{ \AA}$ ). Для энергии и силовой константы связи  $S=O$  даны значения  $104$  ккал/моль и  $K = 0,2$ . Молекула же серной кислоты ( $H_2SO_4$ ) имеет структуру искаженного тетраэдра с атомом серы около центра и характеризуется следующими параметрами:  $d(S-OH) = 1,53 \text{ \AA}$ ,  $d(S=O) = 1,46 \text{ \AA}$ ,  $K = 9,1 / 2$ .

Видимо, в связи с этим отличием в строении молекулы пиросерноокислого калия от других плавней, содержащих соединения серы с кислородом, можно объяснить различие окислительных свойств.

Сплавление проводилось по следующей методике: навеска  $0,5$  г растворялась в  $20$  мл серной кислоты (1:4) и в  $10$  мл фосфорной кислоты (1,70) в колбе на  $100$  мл с затвором (растворение проводят в серной кислоте, так как в порошке содержится до  $17\%$   $Cr$ ). Оставшийся осадок быстро фильтруется на беззольный фильтр, затем промывается небольшими порциями дистиллированной воды и прокаливается. К прокаленному осадку добавляется растертый в ступке пиросульфат калия. Сплавление осадка с пиросульфатом калия проводилось в муфельной печи при невысокой ( $\sim 600^\circ C$ ) температуре.

После полного сплавления осадка выщелачивание выкристаллизовавшихся солей производится в фильтрате. Раствор получается прозрачным.

Полученный таким образом раствор подвергают отгонке аммиака, который затем оттитровывают  $0,005 N$  раствором серной кислоты в установке, схема которой имеется в обычно применяющихся методиках /1/. Через весь ход анализа проводится контрольный опыт на содержание азота в реактивах и пробе стандартного образца с известным содержанием азота.

В результате проделанной работы были получены стабильные данные содержания азота в порошках на никелевой основе типа

"Колманой" с высоким содержанием хрома и бора.

### Л и т е р а т у р а

1. Яковлев П. Я. , Яковлева Е. Ф. Технический анализ в металлургии. Металлургиядат, 1963.
2. Некрасов Б. В. Основы общей химии, т. I. "Химия", 1965.