

ФЕРРОХРОМ

Методы определения хрома

Ferrochrome. Methods for the determination of chromium [СТ СЭВ 3610—82]

ОКП 08 4000

Взамен
ГОСТ 13400.1—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1983 г. № 2122 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону



Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический и титриметрический (для феррохрома, не содержащего ванадия) методы определения в феррохроме хрома (при массовой доле хрома от 55 до 80%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3610—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам 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. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции окисления трехвалентного хрома и четырехвалентного ванадия надсерниокислым аммонием в серно-кислой среде в присутствии катализатора — азотнокислого серебра и последующем определении суммы шестивалентного хрома и вивалентного ванадия методом потенциометрического титрования раствором соли Мора.

Ванадий, восстановленный до четырехвалентного, окисляют раствором марганцовокислого калия, избыток которого восстанавливают азотистокислым натрием и потенциометрически титруют раствором соли Мора.

Массовую долю хрома определяют по разности первого и второго титрования.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Прибор для потенциометрического титрования с индикаторным платиновым и сравнительным вольфрамовым или хлорсеребряным или каломельным электродами.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 4 и 2 : 1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Аммоний надсерниокислый по ГОСТ 20478—75, 40%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 2,5%-ный раствор.

Марганец серниокислый по ГОСТ 435—77, 1%-ный раствор.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 2%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 5%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,25%-ный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрия перекись.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, перекристаллизованный: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 150 см³ кипящей воды и при энергичном перемешивании выливают раствор тонкой струей в фарфоровую чашку. После охлаждения кристаллы отфильтровывают на воронке с пористой стеклянной пластиной, сушат в течение 2—3 ч при температуре (105±5)°С, измельчают и высушивают в сушильном шкафу при температуре (190±10)°С до постоянной массы.

Соль закиси железа и аммония двойная серниокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, титрованный раствор: 98 г соли Мора растворяют в 300 см³ воды, содержащей 40 см³ серной кислоты, разбавляют до 1 дм³ водой и перемешивают.

Для определения массовой концентрации полученного раствора навеску двуххромовокислого калия массой 0,4000 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют в 200 см³ воды, прибавляют 50 см³ раствора серной кислоты (1:4) и титруют раствором соли Мора на потенциометре до скачка потенциала, отмеченного максимальным отклонением стрелки измерительного прибора.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (C) по хрому, выраженную в г/см³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot 0,3535}{V}, \quad (1)$$

где m — масса навески двуххромовокислого калия, г;
0,3535 — коэффициент пересчета двуххромовокислого калия на хром;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование навески двуххромовокислого калия, см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску феррохрома массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 500 см³, прибавляют 20—30 см³ воды, 10 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения навески.

В раствор добавляют несколько капель азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты.

Содержимое стакана охлаждают, прибавляют 250 см³ воды и нагревают до растворения солей. К полученному раствору прибавляют 10 см³ ортофосфорной кислоты, 10 см³ раствора азотнокислого серебра, прибавляют 50 см³ раствора надсернического аммония и кипятят до появления окраски марганцовой кислоты и полного разрушения персульфата аммония. При отсутствии марганца в феррохроме полноту окисления хрома по окраске марганцовой кислоты контролируют, прибавляя перед окислением 3—4 капли раствора сернического марганца. Затем приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и кипятят раствор до восстановления марганцовой кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 60 см³ серной кислоты (1:4) и титруют потенциметрически раствором соли Мора. Отмечают объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование.

2.3.2. Для определения массовой доли ванадия в стакан, в котором проводили титрование, прибавляют раствор марганцовокислого калия до окрашивания раствора в розовый цвет, не исчезающий в течение 1 мин. Раствор перемешивают с помощью мешалки, прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до исчезновения розовой окраски, 2 г мочевины, после чего титруют раствором соли Мора до резкого отклонения стрелки измеритель-

ного прибора. Израсходованное для этого количество соли Мора соответствует массовой доле ванадия в феррохроме.

2.3.3. Феррохром, трудноразлагаемый в кислотах, сплавляют с перекисью натрия или со смесью перекиси натрия — углекислый натрий.

При сплавлении с перекисью натрия навеску феррохрома массой 0,2 г помещают в железный или никелевый тигель, тщательно перемешивают с 4 г перекиси натрия, а затем засыпают еще 1 г перекиси натрия.

При сплавлении со смесью перекиси натрия — углекислый натрий навеску феррохрома массой 0,2 г тщательно перемешивают в тигле с 4 г перекиси натрия и 2 г углекислого натрия.

Сплавление проводят в муфельной печи сначала при умеренном, а затем при более сильном нагревании 750—800°C в течение 4—5 мин до получения жидкой легкоподвижной массы.

После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 400 см³, прибавляют 150 см³ воды и немедленно закрывают стакан часовым стеклом для предохранения от разбрызгивания. После выщелачивания плава тигель удаляют из стакана и обмывают его горячей водой. Раствор с осадком кипятят 5—6 мин до разрушения образовавшейся перекиси водорода, затем охлаждают, прибавляют 30 см³ серной кислоты (2 : 1) и нагревают до полного растворения осадка.

Содержимое стакана переносят в колбу вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ воды и нагревают, после чего прибавляют 10 см³ ортофосфорной кислоты, 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 10 см³ раствора надсернокислого аммония и продолжают анализ, как указано в пп. 2.3.1 и 2.3.2.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C(V - V_1)}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация раствора соли Мора по хрому, г/см³;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование суммы хрома и ванадия, см³;

V₁ — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия, 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 хрома, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 55 до 70 включ.	0,40
Св. 70 » 80 »	0,45

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции окисления трехвалентного хрома надсерниокислым аммонием в серникой среде до бихромат-иона в присутствии катализатора — азотнокислого серебра и последующем титровании раствором соли Мора с применением индикатора — фенилантрапиновой кислоты.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4 и 2:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота фенилантрапиновая, 0,2%-ный раствор: 1 г фенилантрапиновой кислоты растворяют в 500 см³ раствора углекислого натрия.

Натрий углекислый по ГОСТ 4220—75 и 0,2%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 0,25%-ный раствор.

Аммоний надсерниокислый по ГОСТ 20478—75, 40%-ный раствор.

Марганец серниокислый по ГОСТ 435—77, 1%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,25%-ный раствор.

Натрия перекись.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, перекристаллизованный: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 150 см³ кипящей воды и при энергичном перемешении выливают раствор тонкой струей в фарфоровую чашку. После охлаждения кристаллы отфильтровывают на воронке с пористой стеклянной пластиной, сушат в течение 2—3 ч при температуре $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$, измельчают и высушивают в сушильном шкафу при температуре $(190 \pm 10)^\circ\text{C}$ до постоянной массы.

Соль закиси железа и аммония двойная серниокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, титрованный раствор: 98 г соли Мора растворяют в 300 см³ воды, содержащей 40 см³ серной кислоты, разбавляют до 1 дм³ водой и перемешивают.

Для определения массовой концентрации полученного раствора навеску двуххромовокислого калия 0,4 г помещают в колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 200 см³ воды, 60 см³ раствора серной

кислоты (1:4), 5 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают до растворения навески, прибавляют шесть капель раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода сине-фиолетовой окраски раствора в ярко-зеленую.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (С) по хрому, выраженную в г/см³, вычисляют по формуле (1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску феррохрома массой 0,2 г помещают в колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 20—30 см³ воды, 10 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения. В раствор добавляют несколько капель азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты.

Содержимое колбы охлаждают, прибавляют 250 см³ воды, нагревают до растворения солей, приливают 10 см³ ортофосфорной кислоты и 10 см³ раствора азотнокислого серебра.

Прибавляют 50 см³ раствора надсернического аммония и кипятят до появления окраски марганцовой кислоты и полного разрушения персульфата аммония. При отсутствии марганца в феррохроме полноту окисления хрома по окраске марганцовой кислоты контролируют, прибавляя перед окислением 3—4 капли раствора сернического марганца.

К раствору прибавляют 10 см³ раствора хлористого натрия и кипятят до восстановления марганцовой кислоты.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 60 см³ раствора серной кислоты (1:4), шесть капель раствора фенилантраниловой кислоты и медленно титруют раствором соли Мора до перехода сине-фиолетовой окраски раствора в зеленую.

3.3.2. Трудноразлагаемый в кислотах феррохром сплавляют и обрабатывают как указано в п. 2.3.3, после чего продолжают анализ по п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где c — массовая концентрация раствора соли Мора по хрому, г/см³;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 08 4000 на ОКСТУ 0809.
Вводная часть. Заменить значение: 55 на 50;
дополнить абзацем: «Стандарт соответствует ИСО 4140—79 в части потенциометрического метода».

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: «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³»; «2,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 25 г/дм³»; «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³»; «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³»; «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³»; «0,25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли хрома приведены в табл. 2».

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Δ , %	Допускаемые расхождения, %			$\bar{x}$, %
		d_K	d_2	d_3	
От 50 до 80 включ.	0,4	0,5	0,4	0,5	0,2

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³» (2 раза); «0,25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³»; «40 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³»; «0,25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³»; «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли хрома приведены в табл. 2».

(ИУС № 1 1989 г.)