

ГОСТ 13201.1—93
(ИСО 4140—79)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОСИЛИКОХРОМ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 13201.1—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13201.1—77

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ФЕРРОСИЛИКОХРОМ**

Метод определения хрома

Ferrosilicochromium Method for determination
of chromium

ГОСТ

13201.1—93

(ИСО 4140—79)

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (потенциометрический или визуальный) метод определения хрома в ферросиликохроме при массовой доле его от 25 до 60 %.

Метод основан на окислении трехвалентного хрома и четырехвалентного ванадия персульфатом аммония в серно-кислой среде в присутствии катализатора — нитрата серебра. Сумму шестивалентного хрома и пятивалентного ванадия титруют раствором соли Мора.

Ванадий, восстановленный до четырехвалентного, окисляют раствором перманганата калия. Избыток перманганата калия восстанавливают нитритом калия или натрия, избыток которого, в свою очередь, связывают мочевиной и титруют ванадий раствором соли Мора.

Конечную точку титрования фиксируют потенциометрически или визуально по фенолантрахиновой кислоте.

Массовую долю хрома определяют по разности первого и второго титрований.

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 24991.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Мешалка магнитная или механическая.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1:1, 1:4 и 1:10.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 2:3.

Кислота фенилантраниловая, раствор: 0,2 г реактива растворяют при нагревании в 100 см³ воды, в которую добавлено 0,2 г натрия углекислого.

Натрия пероксид.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Аммоний надсерно-кислый (персульфат) по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм³.

Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277, раствор 2,5 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 50 г/дм³.

Марганец (II) серно-кислый 5-водный по ГОСТ 435, раствор 10 г/дм³.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, раствор 25 г/дм³.

Калий азотисто-кислый по ГОСТ 4144, раствор 10 г/дм³ или

Натрий азотисто-кислый по ГОСТ 4197, раствор 10 г/дм³.

Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691.

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

Соль закиси железа и аммония двойная серно-кислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор: 65 г реактива растворяют в 550 см³ раствора серной кислоты 1:10. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по двухромовокислому калию. Для этого в стакан вместимостью 600 см³ помещают 1,0000 г двухромовокислого калия. Растворяют в 100 см³ воды, приливают 30 см³ раствора серной кислоты 1:1, доливают до объема 300 см³ водой, а затем приливают 5 см³ фосфорной кислоты.

В стакан с раствором погружают электроды, включают мешалку и титруют раствором соли Мора до резкого отклонения стрелки милливольтметра (скачок потенциала должен быть около 200 мВ).

Или

В стакан с раствором добавляют шесть капель раствора фенилантрапиновой кислоты и титруют раствором соли Мора до изменения окраски раствора в зеленую.

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

$$c = \frac{m_1 \cdot 0,3535}{V}, \quad (1)$$

где m_1 — масса навески двуххромовокислого калия, взятая для титрования, г;

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

0,3535 — коэффициент пересчета двуххромовокислого калия на хром.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Разложение ферросиликохрома нерастворимого в кислотах

3.1.1. Навеску массой 0,5 г помещают в железный или никелевый, или фарфоровый тигель, содержащий 6 г пероксида натрия и 3 г карбоната натрия, перемешивают, покрывают сверху 1 г пероксида натрия и сплавляют в муфельной печи в течение 5—6 мин при температуре $(775 \pm 25)^\circ\text{C}$. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 150 см³ воды и накрывают стакан часовым стеклом. После прекращения бурной реакции стакан слабо нагревают, удаляют тигель, обмыв его водой, и кипятят раствор с осадком 15—20 мин для разрушения избытка пероксида натрия. Затем охлаждают, прибавляют 40 см³ раствора серной кислоты 1:1 и раствор разбавляют водой до объема 300 см³.

3.2. Разложение ферросиликохрома растворимого в кислотах

3.2.1. Навеску массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, приливают 10—15 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно по каплям добавляют азотную кислоту до прекращения бурной реакции и 5 см³ в избыток. Приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1:1, выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки чашки водой и вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. После ох-

лаждения растворяют соли в 40—60 см³ воды и переносят раствор в колбу или стакан вместимостью 500—600 см³. Разбавляют раствор до объема 300 см³ водой.

3.3. К раствору, полученному по пп. 3.1.1 или 3.2.1, приливают 5 см³ фосфорной кислоты, 10 см³ раствора азотно-кислого серебра и 2—3 капли раствора серно-кислого марганца. Раствор нагревают до кипения, осторожно добавляют 50 см³ раствора персульфата аммония и умеренно кипятят до полного окисления хрома и разложения избытка персульфата аммония. Полноту окисления хрома контролируют по появлению окраски марганцевой кислоты.

Затем к раствору осторожно приливают 10 см³ раствора хлористого натрия или 0,5 см³ раствора соляной кислоты и кипятят раствор в течение 3—5 мин для восстановления марганцевой кислоты. Если окраска марганцевой кислоты не исчезает, то добавляют снова по 0,5 см³ раствора соляной кислоты, доводя раствор до кипения после каждой добавки, до полного исчезновения окраски марганцевой кислоты. Раствор охлаждают и титруют раствором соли Мора.

Если массовая доля хрома более 30 %, то сначала пипеткой добавляют 50,0 см³ раствора соли Мора, а затем титруют этим же раствором из бюретки. Объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, соответствует сумме хрома и ванадия (при наличии последнего в пробе).

3.4. Потенциометрическое титрование

В стакан с раствором, полученным по п. 3.3, погружают электроды и включают мешалку. Титруют раствором соли Мора до резкого отклонения стрелки милливольтметра (скачок потенциала должен быть около 200 мВ).

3.5. Визуальное титрование

В колбу с раствором, полученным по п. 3.3, добавляют шесть капель раствора фенилантрапиновой кислоты и титруют раствором соли Мора до изменения окраски раствора в зеленую.

3.6. Для определения объема раствора соли Мора, израсходованного на титрование ванадия (V_2), к раствору, имеющему температуру не более 20 °С, добавляют по каплям раствор перманганата калия до получения розовой окраски, устойчивой в течение 1 мин. Затем по каплям добавляют раствор нитрита калия или натрия до исчезновения розовой окраски (избегая избытка) и тотчас добавляют 0,5 г мочевины. Титруют раствором соли Мора до скачка потенциала или изменения окраски раствора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{c \cdot (V_1 - V_2)}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где c — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ хрома;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование суммы хрома и ванадия в растворе пробы, см³;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия в растворе пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли хрома приведены в таблице.

Массовая доля хрома, %	Погрешность результатов анализа Δ %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях σ_x	двух параллельных определений σ_1	трех параллельных определений σ_2	результатов анализа стандартного образца аттестованного значения δ
От 25 до 50 включ	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
Св 50 > 60 >	0,4	0,6	0,5	0,6	0,3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 83—79	Разд. 2
ГОСТ 435—77	Разд. 2
ГОСТ 1277—75	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4144—79	Разд. 2
ГОСТ 4197—74	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4208—72	Разд. 2
ГОСТ 4220—75	Разд. 2
ГОСТ 4233—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 6552—80	Разд. 2
ГОСТ 6691—77	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 20478—75	Разд. 2
ГОСТ 20490—75	Разд. 2
ГОСТ 24991—81	п. 12
ГОСТ 28473—90	п. 11

Редактор *И. В. Виноградская*
 Технический редактор *Н. С. Гришанова*
 Корректор *Т. А. Васильева*

Сдано в наб. 06.06.95. Подп. в печ. 24.07.95. Усл. п. л. 0,47. Усл. кр.-отт. 0,47.
 Уч. изд. л. 0,42. Тир. 359 экз. С. 2661.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1353
 ПЛР № 040138