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

gost.e-ecolog.ru

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

УДК 669.15'26'782—198:546.76.06:006.354 Группа В19

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 фенилантраниловой 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.

Издание официальное

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 $см^3$ 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/$дм^3$.

Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277, раствор 2,5 г/$дм^3$.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 50 г/$дм^3$.

Марганец (II) серно-кислый 5-водный по ГОСТ 435, раствор 10 г/$дм^3$.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, раствор 25 г/$дм^3$.

Калий азотисто-кислый по ГОСТ 4144, раствор 10 г/$дм^3$ или Натрий азотисто-кислый по ГОСТ 4197, раствор 10 г/$дм^3$.

Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, перекристаллизованный: готовят следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 $см^3$ 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 $см^3$ раствора серной кислоты 1:10. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по двухромовокислому калию. Для этого в стакан вместимостью 600 $см^3$ помещают 1,0000 г двухромовокислого калия. Растворяют в 100 $см^3$ воды, приливают 30 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1, доливают до объема 300 $см^3$ водой, а затем приливают 5 $см^3$ 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 фенилантраниловой 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

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

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

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

0,3535 — коэффициент пересчета двухромовокислого 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±25) °С. 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 марганцовой 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 фенилантраниловой 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

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

где c — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см^3 хрома;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование суммы хрома и ванадия в растворе пробы, см^3;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия в растворе пробы, см^3;

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 $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от 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. 1.2
ГОСТ 28473—90	п. 1.1

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
в типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1353
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru