УДК 669.15'292—198 : 546.76.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВАНАДИЙ

Методы определения хрома

Ferrovanadium.
Methods for determination of chromium

ГОСТ 13217.8—90

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения хрома в феррованадии при массовой доле его от 0,3 до 3,0%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27349.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на отделении хрома, марганца и железа гидроксидом натрия от основной массы ванадия и последующем окислении хрома в сернокислой среде надсернокислым аммонием до шестивалентного состояния. Определение хрома заканчивают методом обратного титрования, титруя избыток раствора двухвалентного железа раствором марганцевокислого калия.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1 : 4 и 3 : 97.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20485, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой концентрацией 2,5 г/дм³.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы с массовой концентрацией 10 г/дм³ и 250 г/дм³.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³.

Фенилантраниловая кислота, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³: 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворяют при нагревании в 100 см³ раствора натрия углекислого.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор с $(^1/_6 K_2Cr_2O_7) = 0{,}05$ моль/дм³: 2,4517 г при необходимости перекристаллизованного и просушенного до постоянной массы при температуре 180°С двухромовокислого калия растворяют в 150 см³ бидистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают до метки той же водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,000867 г хрома.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор c $(FeSO_4 \cdot (NH_4)_2 \cdot SO_4 \cdot 6H_2O) = 0{,}05$ моль/дм³: 20 г соли растворяют в 800 см³ раствора серной кислоты 3 : 97 в мерной колбе вместимостью 1 дм³, после чего доливают до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по раствору двухромовокислого калия. Для этого в коническую колбу вместимостью 500 см³ помещают 25,0 см³ раствора двухромовокислого калия, затем прибавляют 200 см³ воды, 30 см³ раствора серной кислоты 1 : 4, 5 см³ ортофосфорной кислоты. К раствору прибавляют 5—6 капель фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода сине-фиолетовой окраски раствора в изумрудно-зеленую.

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

$$c = \frac{c_1 \cdot V_1}{V}, \qquad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия, выраженная в г/см³ хрома;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования, см³;

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

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор c $(^1/_5 KMnO_4) = 0{,}05$ моль/дм³: 1,58 г реактива растворяют в 500—600 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, до-

ливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в склянку из темного стекла, выдерживают в течение 10 сут, а затем сифонируют в другую склянку из темного стекла.

Для установки соотношения между растворами марганцовокислого калия и соли Мора в колбу вместимостью 250 см³ приливают из бюретки 25,0 см³ раствора соли Мора, 100 см³ воды, 50 см³ серной кислоты 1 : 4 и титруют раствором марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 1 мин.

Соотношение растворов марганцовокислого калия и соли Мора (K) вычисляют по формуле

$$K=\frac{V_2}{V_3}, \qquad (2)$$

где V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора соли Мора, см³;

V_3 — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, см³.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия (ρ_2), выраженную в г/см³ хрома, вычисляют по формуле

$$\rho_2=\frac{c\cdot V_3}{V_2}, \qquad (3)$$

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

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование раствора соли Мора, см³;

V_3 — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ раствора серной кислоты 1 : 4, затем 2 см³ фтористоводородной кислоты, нагревают до растворения, приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и еще в избыток 2 см³. Раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты.

После охлаждения соли растворяют при нагревании в 100 см³ воды. Охлаждают и нейтрализуют раствором гидроксида натрия 250 г/дм³ до желтовато-зеленого цвета и вливают при перемешивании в колбу вместимостью 500 см³, в которой находится 50 см³ горячего раствора гидроксида натрия 250 г/см³. Раствор с осадком кипятят 5 мин, осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 6—8 раз горячим раствором гидроксида натрия 10 г/дм³. Затем осадок смывают водой в колбу, в которой проводилось осаждение гидроксидов. Фильтр промывают 30 см³ горячей серной кислоты 1 : 4 и 4—5 раз горячей водой, собирая промывные воды в ту же колбу. Содержимое колбы нагревают до растворения осадка. Охлаждают и нейтрализуют раствором гид-

роксида натрия 250 г/см³ до желтого цвета. Затем раствор при перемешивании вливают в колбу вместимостью 500 см³, в которой находится 50 см³ горячего раствора гидроксида натрия 250 г/см³. Раствор с осадком кипятят 5 мин, а затем осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 6—8 раз горячим раствором гидроксида натрия 10 г/дм³. Промытый осадок смывают водой в колбу, в которой проводилось осаждение. Фильтр промывают 30 см³ горячей серной кислоты 1 : 4 и 4—5 раз горячей водой, собирая промывные воды в ту же колбу. Фильтр отбрасывают. Содержимое колбы нагревают до растворения осадка, приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 4, 5 см³ ортофосфорной кислоты, доводят объем раствора водой до 250 см³ и нагревают до кипения.

К горячему раствору приливают 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 30 см³ раствора надсернокислого аммония и умеренно кипятят до полного окисления хрома и разложения избытка надсернокислого аммония. Колбу снимают с плитки, осторожно приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и кипятят раствор в течение 3—5 мин для восстановления марганцовой кислоты.

Раствор охлаждают, приливают из бюретки раствор соли Мора до перехода желтой окраски раствора в зеленую, после чего добавляют еще 5—10 см³ раствора соли Мора. Избыток соли Мора при энергичном перемешивании оттитровывают раствором марганцовокислого калия до появления устойчивой в течение 2 мин розовой окраски раствора.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{c_2 \cdot (K \cdot V_4 - V_5) \cdot 100}{m}, \qquad (4)$$

где c_2 — массовая концентрация раствора марганцовокислого калия, выраженная в г/см³ хрома;

V_4 — объем раствора соли Мора, добавленный к раствору пробы, см³;

V_5 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка раствора соли Мора, см³;

K — соотношение растворов марганцовокислого калия и соли Мора;

m — масса навески пробы, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли хрома приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля хрома, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,3 до 0,5 включ.	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
Св. 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,07	0,06	0,07	0,03
» 2,0 » 3,0 »	0,08	0,11	0,09	0,11	0,05

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции хрома в пламени закись азота-ацетилен при длине волны 357,9 нм с предварительным растворением пробы в серной кислоте.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1 : 4 и 1 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Железо металлическое.

Раствор железа 10 г/дм³: 10 г железа растворяют при нагревании в 40 см³ соляной кислоты, приливают 5 см³ азотной кислоты, раствор кипятят до удаления оксидов азота. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Ванадия (V) оксид.

Раствор ванадия 10 г/дм³: 17,9 г оксида ванадия растворяют при нагревании в 100 см³ соляной кислоты, приливают 5 см³ азотной кислоты и кипятят до удаления оксидов азота. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Хром металлический.

Стандартный раствор хрома: 1,0000 г хрома растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты 1 : 2, окисляют азотной кислотой, выпаривают раствор до начала выделения паров серной кислоты. Соли растворяют в воде при нагревании, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация хрома в растворе равна 0,001 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают во фторопластовый стакан или чашку из платины или стеклоуглерода, приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 4, затем 2 см³ фтористоводородной кислоты, нагревают до растворения, приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и еще в избыток 2 см³. Раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Затем соли растворяют в 20 см³ воды при нагревании и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Атомную абсорбцию хрома измеряют параллельно в растворе контрольного опыта, растворе пробы, растворах для построения градуировочного графика, растворе стандартного образца при длине волны 357,9 нм в пламени закись азота-ацетилен.

3.3.2. После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения абсорбции раствора пробы находят массовую долю хрома в пробе методом сравнения со стандартным образцом, с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего стандарта, или методом градуировочного графика, или методом добавок.

3.3.2.1. При применении метода сравнения навеску стандартного образца проводят через все стадии анализа, как указано в п. 3.3.1.

3.3.2.2. При применении метода градуировочного графика в ряд стаканов помещают растворы ванадия и железа в количествах, соответствующих их содержаниям в пробе, стандартный раствор хрома, согласно табл. 2. В один стакан стандартный раствор хрома не помещают. Во все стаканы приливают по 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 4 и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Масса хрома в атомизируемом растворе, мг	Объем стандартного раствора хрома, см³
От 0,3 до 0,6 включ	1,5—3,0	1—3
Св. 0,6 » 1,5 »	3,0—7,5	3—8
» 1,5 » 3,0 »	7,5—15	8—16

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор хрома, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующим им массам хрома.

3.3.2.3. При применении метода добавок к навеске пробы добавляют такое количество стандартного раствора хрома, чтобы

значение атомной абсорбции пробы с добавлением стандартного раствора составляло не более двухкратного значения атомной абсорбции раствора пробы и находилось в линейном диапазоне градуировочного графика. Далее анализ проводят по п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю хрома (X_1) в процентах, определяемую методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{\widehat{A}\,(D - D_1)}{D_2 - D_1}, \qquad (5)$$

где $\widehat{A}$ — аттестованное значение массовой доли хрома в стандартном образце, %;

D — значение атомной абсорбции раствора пробы;

D_1 — значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта;

D_2 — значение атомной абсорбции раствора стандартного образца.

3.4.2. Массовую долю хрома (X_2) в процентах, определяемую методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (6)$$

где m_1 — масса хрома, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, г.

3.4.3. Массовую долю хрома (X_3) в процентах, определяемую методом добавок, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_2\,(D - D_1)}{(D_3 - D) \cdot m} \cdot 100, \qquad (7)$$

где m_2 — масса хрома в стандартном растворе, добавленная к пробе, г;

D — значение атомной абсорбции раствора пробы без добавления стандартного раствора хрома;

D_1 — значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта;

D_3 — значение атомной абсорбции раствора пробы с добавлением стандартного раствора хрома;

m — масса навески пробы, г.

3.4.4. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли хрома приведены в табл. 1.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Л. М. Клейнер, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 04.05.90 № 1098

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13217.8—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.2
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4208—72	2.2
ГОСТ 4220—75	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 6552—80	2.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 20485—75	2.2
ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 27349—87	1.1

gost.e-ecolog.ru