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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 21600.17—83

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 ванадий) 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

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции окисления трехвалентного хрома и четырехвалентного ванадия надсернокислым аммонием в сернокислой среде в присутствии катализатора — азотнокислого серебра и последующем определении суммы шестивалентного хрома и пятивалентного 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 надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 40%-ный раствор.

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

Марганец сернокислый 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 двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, перекристаллизованный: 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 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 сернокислая (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 двухромовокислого 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

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

где m — масса навески двухромовокислого калия, г;

0,3535 — коэффициент пересчета двухромовокислого калия на хром;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование навески двухромовокислого 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 надсернокислого 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 сернокислого 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 потенциометрически 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, труднораздагаемый в кислотах, сплавляют с перекисью натрия или со смесью перекись 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 перекись 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°С 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

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

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

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

V_1 — 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 надсернокислым аммонием в сернокислой среде до бихромат-иона в присутствии катализатора — азотнокислого серебра и последующем титровании раствором соли Мора с применением индикатора — фенилантраниловой 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 фенилантраниловая, 0,2%-ный раствор: 1 г фенилантраниловой 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 надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 40%-ный раствор.

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

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

Натрия перекись.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, перекристаллизованный: 100 г двухромовокислого 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±5)°С, измельчают и высушивают в сушильном шкафу при температуре (190±10)°С до постоянной массы.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (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 двухромовокислого 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 (C) 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 надсернокислого 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 сернокислого 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

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

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.

Изменение № 1 ГОСТ 21600.17—83 Феррохром. Методы определения хрома

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.09.88 № 3198

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, %			δ, %
		$d_к$	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.)

gost.e-ecolog.ru