

НИОТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

ФЕРРОВАНАДИИ

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.

Натрия гидроксид 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 двуххромовокислый по ГОСТ 4220, раствор с ($1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) = 0,05 моль/дм³: 2,4517 г при необходимости перекристаллизованного и просушенного до постоянной массы при температуре 180°C двуххромовокислого 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 серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с ($\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) = 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 двуххромовокислого калия. Для этого в коническую колбу вместимостью 500 см³ помещают 25,0 см³ раствора двуххромовокислого 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 (с) раствора соли Мора, выраженную в г/см³ хрома, вычисляют по формуле

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

где с — массовая концентрация раствора двуххромовокислого калия, выраженная в г/см³ хрома;

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

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

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с ($1/5\text{KMnO}_4$) = 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

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

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 (c_2), выраженную в г/см³ хрома, вычисляют по формуле

$$c_2 = \frac{c \cdot V_3}{V_2}, \quad (3)$$

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 надсернического аммония и умеренно кипятят до полного окисления хрома и разложения избытка надсернического 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

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

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.