

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения оксида хрома (III)

Chromium ores and concentrates.
Method for determination of
chromium oxide (III)

ГОСТ 15848.1—90

(ИСО 6331—83)

ОКСТУ 0741

Срок действия с 01.01.92

до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает титриметрический серебряно-персульфатный метод определения массовой доли оксида хрома (III) (от 10 до 65 %).

Метод определения оксида хрома по международному стандарту ИСО 6331—84 указан в приложении.

Метод основан на окислении трехвалентного хрома в серно-кислой среде надсернистым аммонием в присутствии катализатора — азотнокислого серебра или смеси сернокислого кобальта и сернокислого никеля.

Шестивалентный хром восстанавливают раствором соли Мора и избыток его оттитровывают раствором марганцовокислого калия. При массовой доле ванадия в анализируемом образце до 0,05 % допускается шестивалентный хром титровать непосредственно раствором соли Мора в присутствии индикатора фенолантрапиловой кислоты. Конечную точку титрования можно устанавливать потенциометрически.

Навеску руды или концентрата сплавляют с пероксидом натрия или разлагают в смеси серной и фосфорной кислот.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу определения оксида хрома — по ГОСТ 15848.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 800 °С.

Установка потенциометрическая с парами электродов: платина-хлорид-серебряный, платина-вольфрам или другими электродами, обеспечивающими четкое фиксирование конечной точки титрования (к. т. т.).

Тигли железные.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:100.

Марганец (II) сернистый 5-водный по ГОСТ 435 (сульфат марганца (II)), раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277 (нитрат серебра (I)), раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³. Для большей устойчивости раствора азотнокислого серебра приливают 0,5 см³ азотной кислоты на каждый 1 дм³ раствора. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Кобальт (II) сернистый 7-водный по ГОСТ 4462 (сульфат кобальта (II)).

Никель (II) сернистый 7-водный по ГОСТ 4465 (сульфат никеля (II)).

Кобальто-никелевый катализатор, раствор: 15 г сернистого кобальта и 15 г сернистого никеля помещают в стакан вместимостью 700—800 см³, приливают 500 см³ воды и перемешивают до растворения солей.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478 (пероксодисульфат аммония), раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³. Раствор годен к применению в течение 7—10 сут.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 (карбонат натрия), раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 (хлорид натрия), раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Кислота фенилантраниловая, раствор, содержащий 2 г кислоты в 100 см³ раствора углекислого натрия.

Натрия перекись (натрия пероксид).

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220 (дихромат калия), раствор с молярной концентрацией эквивалента $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 0,1$ моль/дм³; 4,9032 г двуххромовокислого калия, дважды перекристаллизованного и высушенного в течение 2—3 ч при 150—170 °С, растворяют в 500—600 см³ воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают, 1 см³ раствора соответствует 0,002533 г оксида хрома (III).

Соль закиси железа и аммония двойная сернистая (соль

Мора) по ГОСТ 4208, раствор с молярной концентрацией эквивалента $c(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,1$ моль/дм³: 39,5 г соли Мора растворяют в 250 см³ серной кислоты (1:4), раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Для установления массовой концентрации раствора соли Мора 25 см³ раствора двуххромовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$ моль/дм³ помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 200 см³ воды, 40 см³ серной кислоты (1:1), раствор перемешивают и охлаждают. Затем приливают 5—6 капель раствора фенилантрапиновой кислоты, снова перемешивают и медленно титруют раствором соли Мора до перехода вишневой окраски раствора в зеленую.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (С) по оксиду хрома (III) в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{0,002533 \cdot 25}{V_1},$$

где 0,002533 — масса оксида хрома (III), соответствующая 1 см³ раствора двуххромовокислого калия, г;

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

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование с учетом значения контрольного опыта, см³.

Массовую концентрацию раствора соли Мора допускается устанавливать по стандартному образцу, близкому по составу к анализируемым пробам. Стандартный образец проводят через ход анализа, как указано в пп. 3.1 и 3.2.

Массовую концентрацию (С) раствора соли Мора по оксиду хрома (III) в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m_1}{V_2 \cdot 100},$$

где А — аттестованное значение массовой доли оксида хрома (III) в стандартном образце, %;

m_1 — масса навески высушенного стандартного образца, г;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, с учетом значения контрольного опыта, см³.

Натрий шавелевокислый по ГОСТ 5839, перекристаллизованный и высушенный при 105—110 °С до постоянной массы.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с молярной концентрацией эквивалента $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³: 32 г марганцовокислого калия растворяют в 1000 см³ воды, перелива-

ют в бутылку из темного стекла вместимостью 10 дм³, приливают 9 дм³ воды, перемешивают и оставляют на 7—10 сут. Раствор переливают, пользуясь сифоном, не доходящим до дна бутылки на 15 мм, в другую бутылку из темного стекла. Вместо сифонирования можно применять фильтрование через прокаленный асбест.

Для установления массовой концентрации марганцовокислого калия 0,2 г щавелевокислого натрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при слабом нагревании в 75 см³ воды, затем приливают 15 см³ серной кислоты (1:1), нагревают до 70—80 °С и титруют раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски, устойчивой в течение 1—2 мин.

Массовую концентрацию раствора марганцовокислого калия (С) по оксиду хрома (III) в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_2 \cdot 0,3781}{V_3}$$

где m_2 — масса навески щавелевокислого натрия, г;

0,3781 — коэффициент пересчета щавелевокислого натрия на оксид хрома (III);

V_3 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, с учетом значения контрольного опыта, см³.

Для установления соотношения между растворами марганцовокислого калия и соли Мора в коническую колбу вместимостью 250 см³ приливают 20 см³ раствора соли Мора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, 50—60 см³ воды и титруют раствором марганцовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³ до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 1—2 мин.

Коэффициент, определяющий соотношение между объемом раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование, и объемом раствора соли Мора, взятого на титрование (К), вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_4}{V_5}$$

где V_4 — объем раствора марганцовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³ израсходованный на титрование, с учетом значения контрольного опыта, см³;

V_5 — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, см³.