



**МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ \* 4140**

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION  
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION  
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

**ФЕРРОХРОМ И ФЕРРОСИЛИКОХРОМ  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХРОМА.  
ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Первое издание

Цена 3 коп.

Группа В19

УДК 669.15—198:543.257.1:546.76

Per. № ИСО 4140—79

Дескрипторы: ферросплав, феррохром, сплавы, содержащие хром, ферросиликохром, сплавы, содержащие кремний, химический анализ, определение содержания, хром, потенциометрический метод

1983

9855

**КОНТРОЛЬНЫЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**



ФЕРРОХРОМ И  
ФЕРРОСИЛИКОХРОМ

Определение содержания хрома.

Reg. № ИСО

4140—79

Потенциометрический метод  
Ferrosilichromium and ferrochromium  
Determination of chromium content.  
Potentiometric method

ПРЕДИСЛОВИЕ

Международная организация по стандартизации (ИСО) представляет собой объединение национальных организаций по стандартизации (комитеты — члены ИСО). Разработка международных стандартов осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый комитет-член может принимать участие в работе любого технического комитета по интересу его вопросу. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, перед утверждением их Советом ИСО, в качестве международных стандартов направляются на рассмотрение всем комитетам-членам.

Международный стандарт ИСО 4140 разработан Техническим комитетом ИСО/ТК 132 «Ферросплавы» и направлен комитетам-членам в январе 1978 г.

Его одобрили следующие комитеты-члены:

Австралия	Италия	США
Австрия	Канада	Турция
АРЕ	Мексика	Франция
Болгария	Норвегия	Чехословакия
Великобритания	Польша	Швеция
Индия	Румыния	ЮАР
Иран	СССР	Югославия
Испания		Япония

Против принятия данного стандарта не высказался ни один комитет-член.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий международный стандарт устанавливает потенциометрический метод определения содержания хрома в феррохроме и ферросиликохроме.

Метод применим ко всем маркам феррохрома и ферросиликохрома.

2. ССЫЛКА

ИСО 3713 Ферросплавы. Отбор и подготовка проб. Общие требования<sup>1</sup>.

3. СУЩНОСТЬ

Сплавление навески с перекисью натрия, растворение шлага в воде и подкисление водного раствора серной кислотой; для некоторых ферросплавов возможно непосредственное растворение навески в кислотях. Окисление хрома персульфатом аммония в присутствии ионов серебра в качестве катализаторов. Определение содержания суммы хрома и ванадия потенциометрическим методом титрования двойной серникой солью закиси железа и аммония. Повторение окисления ванадия марганцовокислым калием; разложение избытка перманганата нитритом калия и разложение избытка нитрита мочевиной. Определение содержания ванадия потенциометрическим титрованием двойной серникой солью закиси железа и аммония и определение содержания хрома по разности.

Реакции:



<sup>1</sup> На стадии проекта.

порядка 200 мВ<sup>1</sup>. Количество раствора сульфата аммония и железа (II), используемое для определения, соответствует сумме хром+ванадий.

7.2.5. Приливают по каплям раствор перманганата калия (п. 4.11) до получения четкой розовой окраски, устойчивой в течение минуты<sup>2</sup>. Приливают по каплям раствор нитрита калия (п. 4.12) до исчезновения окраски перманганата и наблюдения изменения потенциала, затем добавляют две капли сверх нормы. Добавляют около 0,5 г мочевины (п. 4.4) для разрушения избытка нитрита. Титруют раствором сульфата железа (II) и аммония до скачка потенциала. Это титрование соответствует содержанию ванадия.

### 8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание хрома, выраженное в процентах массы, вычисляют по формуле

$$\frac{100T(V_2 - V_3)}{m}$$

где  $T$  — титр раствора железа (II) и аммония (п. 4.14), выраженный в граммах хрома в 1 мл раствора;

$V_2$  — объем раствора сульфата железа (II) и аммония (п. 4.14), израсходованный для первого титрования (хром+ванадий), мл;

$V_3$  — объем раствора сульфата железа (II) и аммония (п. 4.14), израсходованный для второго титрования (ванадий), мл;

$m$  — масса навески (п. 7.1), г.

### 9. ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ

Опыт показал, что при доверительной вероятности на уровне 95% для опытного лаборанта ошибка составляет  $\pm 0,20\%$  (м/м) для содержания хрома около 70% (м/м).

### 10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол должен содержать:

а) ссылку на использованный метод;

<sup>1</sup> Если содержание хрома в пробе превышает 31% (м/м), то сначала лигнеткой добавляют 30 мл раствора сульфата железа (II) и аммония, затем титруют. Если содержание хрома превышает 68% (м/м), то предварительно добавляют 100 мл раствора сульфата железа (II) и аммония и титруют.

<sup>2</sup> Растворение розовой окраски указывает на переокисление ванадия, что может быть обнаружено и благодаря увеличению соответствующего потенциала.

Помещают навеску (п. 7.1) в химический стакан (п. 5.1), приливают 25 мл раствора серной кислоты (п. 4.8) и нагревают очень осторожно, не уменьшая объем, в течение 20 мин или до момента, когда действие растворителя закончится<sup>1</sup>. Приливают 50 мл фосфорной кислоты (п. 4.5) и выпаривают до начала выделения паров, охлаждают, приливают 40 мл холодной воды, нагревают до кипения, окисляют с помощью азотной кислоты (п. 4.6) и кипятят в течение 2 мин. Разбавляют раствор до объема 400 мл горячей водой.

7.2.1.2. Растворение ферросиликохрома (1% С макс.), растворимого в кислотах.

Помещают навеску (п. 7.1) в платиновую чашку, приливают 10—15 мл фтористоводородной кислоты (п. 4.7) и по каплям осторожно приливают 15 мл азотной кислоты (п. 4.6). Нагревают содержимое чашки до полного растворения навески, приливают 20 мл раствора серной кислоты (п. 4.8) и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают чашку, обмывают ее стенки водой и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. Вновь охлаждают чашку, растворяют находящиеся в ней соли в 40—60 мл воды и переливают раствор в химический стакан вместимостью 600 мл. Промывают чашку водой, собирая промывные воды в стакан, разбавляют раствор до объема 300 мл и нагревают до полного растворения солей.

7.2.2. Приливают 20 мл раствора азотнокислого серебра (п. 4.10), три капли раствора перманганата калия (п. 4.11) и 8 г персульфата аммония (п. 4.3), нагревают до кипения и кипятят в течение 10 мин<sup>2</sup>. Приливают 0,5 мл раствора соляной кислоты (п. 4.9) для восстановления перманганата и продолжают кипятить в течение 5 мин до полного исчезновения окраски перманганата. Дают раствору остыть при комнатной температуре.

7.2.3. Приливают 10 мл фосфорной кислоты (п. 4.5), если растворение производится по п. 7.2.1., и 5 мл этой же фосфорной кислоты, если растворение производится по пп. 7.2.1.1 и 7.2.1.2. Выключают мешалку (п. 5.5), погружают электроды в раствор и соединяют их с потенциометром (п. 5.3).

7.2.4. Титруют раствором сульфата аммония и железа (II) (п. 4.14), постоянно помешивая, до получения скачка потенциала

<sup>1</sup> Необходимо, чтобы вся навеска покрылась кислотой и ни одна частица не попала на стенку химического стакана в момент помешивания в него навески или последующего помешивания в ходе растворения.

<sup>2</sup> Если цвет марганцевой кислоты не появится через 5 мин, добавляют по 0,5 г сульфата аммония к горячей раствору до появления окраски.

<sup>3</sup> Если окраска марганцевой кислоты не исчезает, добавляют снова по 0,5 мл соляной кислоты, доводя раствор до кипения после каждой добавки, до полного исчезновения окраски.

- б) результаты и форму их выражения;
- в) особенности, выявленные в ходе анализа;
- г) операции, не предусмотренные настоящим международным стандартом или рассматриваемые как необязательные.

Редактор И. В. Виноградская  
Технический редактор А. Г. Каширин  
Корректор А. С. Туманишвили

Сдано в наб. 04.11.82 Подп. к печ. 10.01.82 0,5 п. л. 0,4 уч.-изд. л. Тир. 800 Цена 3 коп.  
Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопроспектский пер., 3.  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2909