



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР**

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

**ГОСТ 13020.1-85—ГОСТ 13020.8-85,
ГОСТ 13020.11-85—ГОСТ 13020.16-85
(СТ СЭВ 4504-84—СТ СЭВ 4514-84)**

Издание официальное

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**

РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. П. Поздеев, Н. А. Чирков, В. Л. Зуева, П. Ф. Агафонов, Л. М. Клейнер,
Г. И. Гусева.

ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г.
№ 1410—1415

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
Метод определения хромаMetallic chrome
Method for determination of chrome**ГОСТ**
13020.1—85**(СТ СЭВ 4504—84)**Взамен
ГОСТ 13020.1—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г № 1410 срок действия установлен**с 01.07.86****до 01.07.96****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает потенциметрический метод определения хрома в металлическом хrome (при массовой доле хрома от 96,0 до 99,6%).

Метод основан на окислении трехвалентного хрома надсерно-кислым аммонием в сернокислой среде до шестивалентного состояния и последующем титровании раствором соли двухвалентного железа. Конец титрования фиксируют потенциметрическим методом.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4504—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для потенциметрического титрования с индикаторным платиновым электродом и сравнительным электродом — вольфрамовым, хлорсеребряным или каломельным.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:4 и 1:20.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот: к 600 см³ воды приливают при перемешивании 320 см³ серной кислоты (1:1) и 80 см³ ортофосфорной кислоты.

Аммоний надсерноокислый, 40%-ный раствор.

Марганец (II) серноокислый 5-водный по ГОСТ 435—77, 1 %-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 5 %-ный раствор.

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

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, при необходимости перекристаллизованный и высушенный при температуре 160—180 °С в течение 1,5—2 ч.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, титрованный раствор: 120 г соли Мора растворяют в 850 см³ серной кислоты (1:20), разбавляют до 1 дм³ водой и перемешивают.

Для определения массовой концентрации полученного раствора навеску двуххромовокислого калия массой 0,6000 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют в 150 см³ воды, прибавляют 100 см³ смеси кислот и титруют раствором соли Мора на потенциометре до скачка потенциала, отмеченного максимальным отклонением стрелки прибора.

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

$$c = \frac{m_1 \cdot 0,3535}{V_1},$$

где m_1 — масса навески двуххромовокислого калия, г;

0,3535 — коэффициент пересчета двуххромовокислого калия на хром;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование навески двуххромовокислого калия, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании.

После растворения навески раствор окисляют азотной кислотой, приливая ее по каплям (около 1 см³), и выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться 2—3 мин. Затем раствор охлаждают, приливают 200—250 см³ воды, нагревают до растворения солей, прибавляют 5 капель раствора серноокислого марганца, 10 см³ раствора азотнокислого серебра, нагревают до кипения, приливают 50 см³ раствора надсерноокислого аммония и

кипятят до полного окисления хрома и разложения надсернооксилого аммония.

Количественное окисление хрома замечают по появлению в растворе окраски марганцевой кислоты, которую затем восстанавливают кипячением раствора в течение 3—5 мин с 10 см³ раствора хлористого натрия.

Раствор охлаждают, приливают 50 см³ серной кислоты (1:4), количественно переносят в стакан для титрования, включают мешалку и титруют раствор двухромовой кислоты раствором соли Мора до скачка потенциала, отмеченного максимальным отклонением стрелки прибора.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{c \cdot V \cdot 100}{m},$$

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

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

m — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,40 %.