



13020.1-85—
— 13020.8-85
13020.11-85—
— 13020.16-85
Сум. +

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 ССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

**РАЗРАБОТАНЫ Министром
ИСПОЛНИТЕЛИ**

**Н. П. Поздеев, Н. А. Чирков,
Г. И. Гусев.**

ВНЕСЕНЫ Министерством

Член Коллегии В. Г. Антоненко

**УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ
государственного комитета
№ 1410—1415**

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
Метод определения хрома

Metallic 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 потенциометрический метод определения хрома в металлическом хроме (при массовой доле хрома от 96,0 до 99,6 %).

Метод основан на окислении трехвалентного хрома надсернистой кислотой в сернокислой среде до шестивалентного состояния и последующем титровании раствором соли двухвалентного железа. Конец титрования фиксируют потенциометрическим 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 потенциометрического титрования с индикаторным платиновым электродом и сравнительным электродом — вольфрамовым, хлорсеребряным или каломельным.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



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 надсернистый, 40%-ный раствор.

Марганец (II) сернистый 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 сернокислая (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 сернокислого марганца, 10 см³ раствора азотнокислого серебра, нагревают до кипения, приливают 50 см³ раствора надсернокислого аммония и

кипятят до полного окисления хрома и разложения аммонийного аммония.

Количественное окисление хрома замечают по изменению окраски раствора окраски марганцевой кислоты, которую добавляют кипячением раствора в течение 3—5 мин с хлористого натрия.

Раствор охлаждают, приливают 50 см³ серной кислоты и количественно переносят в стакан для титрования. В стакан добавляют 10 см³ раствора двуххромовой кислоты. Титруют до скачка потенциала, отмеченного максимумом 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 хрома, г/см³;

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

m — масса навески, г.

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