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

gost.e-ecolog.ru

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

УДК 669.26:546.76.06:006 354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

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 0509

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 надсернокислым аммонием 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 надсернокислый, 40%-ный раствор.

Марганец (II) сернокислый 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 двухромовокислый 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 двухромовокислого 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 двухромовокислого калия, г;

0,3535 — коэффициент пересчета двухромовокислого калия на хром;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование навески двухромовокислого 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 надсернокислого аммония.

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

Раствор охлаждают, приливают 50 $см^3$ 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/$см^3$;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование хрома, $см^3$;

m — масса навески, г.

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

gost.e-ecolog.ru