



13020.1-85—  
— 13020.8-85  
13020.11-85—  
— 13020.16-85

Судж. +

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. Антипов

**УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госу-  
дарственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г.  
**№ 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 трёхвалентного 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.



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 см<sup>3</sup> воды приливают при перемешивании 320 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и 80 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты.

Аммоний нацернокислый, 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 °C в течение 1,5—2 ч.

Соль зажигания железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, титрованный раствор: 120 г соли Мора растворяют в 850 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:20), разбавляют до 1 дм<sup>3</sup> водой и перемешивают.

Для определения массовой концентрации полученного раствора навеску двухромовокислого калия массой 0,6000 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 100 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

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

где *m*<sub>1</sub> — масса навески двухромовокислого калия, г;

0,3535 — коэффициент пересчета двухромовокислого калия на хром;

*V*<sub>1</sub> — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование навески двухромовокислого калия, см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> смеси кислот и растворяют при нагревании.

После растворения навески раствор окисляют азотной кислотой, приливая ее по каплям (около 1 см<sup>3</sup>), и выпаривают до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться 2—3 мин. Затем раствор охлаждают, приливают 200—250 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей, прибавляют 5 капель раствора сернокислого марганца, 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, нагревают до кипения, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора цадсернокислого 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<sup>3</sup> раствора хлористого натрия.

Раствор охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование хрома, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

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