Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения хрома

Tinless bronze.
Methods for determination of chromium

ГОСТ 15027.18—86

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.87

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и потенциометрический методы определения хрома (при массовой доле хрома от 0,2 % до 1,5 %) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5007—85.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 25086 при двух параллельных определениях.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной, фтористоводородной и хлорной кислотах и измерении атомной абсорбции хрома в пламени ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота при длине волны 357,9 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Закись азота по ГОСТ 9293.

Источник излучения для хрома.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 2567.

Кислота хлорная, разбавленная 1:1.

Медь марки МО по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 5 г меди растворяют в 50 $см^3$ раствора азотной кислоты, раствор кипятят для удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,05 г меди.

Хром марки Х99Б по ГОСТ 5905.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,5 г хрома растворяют в 25 $см^3$ раствора соляной кислоты или 1,4145 г двухромовокислого калия, предварительно высушенного при температуре 150 °С до постоянной массы и растворяют в воде. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью по 500 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,001 г хрома.

gost.e-ecolog.ru

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г хрома.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см³ раствора азотной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения добавляют 10 см³ раствора хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения дыма хлорной кислоты. После охлаждения добавляют 50 см³ воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть 25 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию хрома в пламени ацетилен — воздух или ацетилен — закись азота при длине волны 357,9 нм параллельно в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика. Концентрацию хрома находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 1 см³ раствора меди; в восемь из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см³ раствора Б хрома, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 и 0,8 мг хрома. Во все колбы добавляют по 1 см³ раствора хлорной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию хрома непосредственно до и после измерения раствора пробы. По полученным значениям строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где c_1 — концентрация хрома в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — концентрация хрома в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), указанных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2а. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля хрома, %	d, %	D, %
От 0,2 до 0,5 включ.	0,03	0,04
Св. 0,5 » 1,0 »	0,05	0,07
» 1,0 » 1,5 »	0,08	0,11

2.4.2б. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных потенциометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.2а, 2.4.2б. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.4.3. При разногласиях в оценке качества бронз определение хрома проводят атомно-абсорбционным методом.

3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной и серной кислотах с добавлением фтористоводородной кислоты, окислении хрома (III) надсернокислым аммонием в присутствии азотнокислого серебра до хрома (VI) и потенциометрическом титровании хрома раствором соли Мора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для потенциометрического титрования с насыщенным каломельным электродом и индикаторным платиновым электродом.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 2567.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 2,5 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 100 г/дм^3, свежеприготовленный.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, 0,017 М раствор: 2,4517 г двухромовокислого калия, предварительно высушенного при 150 °С до постоянной массы, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

1 см^3 раствора содержит 0,0008667 г хрома.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, 0,05 моль/дм^3 раствор: 19,6 г соли Мора растворяют в 800 см^3 воды, содержащей 60 см^3 раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Установка массовой концентрации раствора соли Мора: 20 см^3 раствора двухромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 6 см^3 раствора серной кислоты, разбавляют водой до объема 300 см^3 и титруют потенциометрически раствором соли Мора.

Массовую концентрацию раствора (T), выраженную в граммах хрома на 1 см^3 раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{V_1 \cdot 0{,}0008667}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, отобранный для титрования, см^3;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см^3;

0,0008667 — масса хрома, соответствующая 1 см^3 раствора двухромовокислого калия, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 25 см^3 раствора азотной кислоты с добавлением 5 капель фтористоводородной кислоты и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения добавляют 30 см^3 раствора серной кислоты и раствор выпаривают до начала выделения дыма серной кислоты, охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и осторожно добавляют 300 см^3 воды, 15 см^3 раствора азотнокислого серебра, 40 см^3 раствора надсернокислого аммония и вносят в раствор несколько стеклянных шариков. Стакан накрывают стеклом и кипятят 15 мин. Добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, кипятят 10 мин, охлаждают до комнатной температуры и титруют хром (VI) потенциометрически раствором соли Мора до скачка потенциала.

3.4. Обработка результатов

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

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

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

T — массовая концентрация раствора соли Мора, г/см^3;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), указанных в таблице.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в таблице.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.04.86 № 985

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 859—2001	2.2
ГОСТ 1277—75	3.2
ГОСТ 2567—89	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4208—72	3.2
ГОСТ 4220—75	2.2; 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	2.2
ГОСТ 5905—79	2.2
ГОСТ 9293—74	2.2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 20478—75	3.2
ГОСТ 25086—87	1.1; 2.4.2б; 3.4.4

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 23.10.91 № 1642

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1991 г. (ИУС 1—92)

gost.e-ecolog.ru