УДК Группа Т99

# ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ЭЛЕКТРОЛИТЫ ХРОМИРОВАНИЯ.
Методики выполнения измерений
содержаний компонентов

ОСТ 3-6446-88

ОКСТУ 0009

Дата введения 01.09.89

Настоящий стандарт распространяется на электролиты хромирования и устанавливает требования к выполнению измерений массовых концентраций компонентов, составляющих электролиты сернокислого хромирования, черного хромирования и электролита хромирования с добавкой солей вольфрама.

## I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования устанавливает ОСТ 3-6442-88.

## 2. ЭЛЕКТРОЛИТ СЕРНОКИСЛОГО ХРОМИРОВАНИЯ

2.I. Состав электролита сернокислого хромирования приведен в табл.I.

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

Таблица I

| Наименование компонента | Массовая концентрация, г/дм$^3$ |
|---|---|
| Ангидрид хромовый | 150–400 |
| Кислота серная | 1,5–4,0 |

В процессе работы определяют массовые концентрации составляющих электролит компонентов и примесей железа и окиси хрома.

2.2. Методика выполнения измерений массовой концентрации хромового ангидрида объемным перманганатометрическим методом

2.2.1. Метод основан на восстановлении хрома (VI) до хрома (III) раствором соли Мора в кислой среде

$$2H_2CrO_4 + 6FeSO_4 + 6H_2SO_4 = 3Fe_2(SO_4)_3 + Cr_2(SO_4)_3 + 8H_2O$$

Избыток соли Мора оттитровывают раствором марганцовокислого калия

$$2KMnO_4 + 10FeSO_4 + 8H_2SO_4 = 5Fe_2(SO_4)_3 + 2MnSO_4 + K_2SO_4 + 8H_2O$$

Погрешность измерений в диапазоне 150–200 г/см$^3$ составляет 2 г/дм$^3$.

2.2.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Весы аналитические.

Колбы мерные вместимостью 100 см$^3$ и 1 дм$^3$.

Воронка коническая стеклянная.

Вата стеклянная.

Пипетка вместимостью 5 и 20 см$^3$ без делений.

Бюретка вместимостью 50 см$^3$.

Зак. 243. 21.01.87. Тир. 2000.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (моль Мора), раствор молярной концентрацией 0,1 моль/дм$^3$.

Калий марганцовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм$^3$ (1/5 $KMnO_4$) в реакции окисления железа в кислой среде.

Натрий щавелевокислый.

Кислота серная, разбавленная 1:5.

2.2.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.2.3.1. Раствор марганцовокислого калия готовят из фиксанала. Приготовленный раствор отстаивают в темном месте не менее 4-х дней. Отстоявшийся раствор сливают через сифон или отфильтровывают через стеклянную вату в посуду из темного стекла. Молярную концентрацию марганцовокислого калия устанавливают по щавелевокислому натрию, предварительно просушенному в течение 1 ч при 120 °С.

Навеску щавелевокислого натрия 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, растворяют в 100 см$^3$ воды, приливают 10 см$^3$ раствора серной кислоты, нагревают до 70 °С (но не до кипения) и титруют раствором марганцовокислого калия при сильном перемешивании до неисчезающей слабо-розовой окраски раствора.

Молярную концентрацию марганцовокислого калия вычисляют по формуле (1)

$$C = \frac{m \cdot 31,61}{67,01 \cdot V}, \qquad (1)$$

где $m$ – масса щавелевокислого натрия, г;

31,61 – молярная масса эквивалента марганцовокислого калия $M(1/5\ KMnO_4)$, г;

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

67,01 – молярная масса эквивалента щавелевокислого натрия $M(1/2\ Na_2C_2O_4)$, г;

$V$ – объем раствора марганцевокислого калия, израсходованный на титрование, $см^3$.

2.2.3.2. Для приготовления раствора соли Мора навеску соли массой 39,5 г растворяют в 950 $см^3$ воды и 50 $см^3$ серной кислоты.

2.2.3.3. Соотношение объемов растворов соли Мора и марганцовокислого калия устанавливают каждый раз непосредственно после титрования хрома. В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ приливают 200–300 $см^3$ воды, 20 $см^3$ раствора серной кислоты и такой объем раствора соли Мора, который добавляли при проведении анализа электролита. Затем титруют раствором марганцевокислого калия, до появления слабо-розовой окраски раствора, неисчезающей в течение I мин.

Соотношение объемов растворов соли Мора и марганцовокислого калия ($K_I$) вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V_1}{V_2}, \qquad (2)$$

где $V_1$ – объем раствора марганцовокислого калия, взятый на титрование, $см^3$;

$V_2$ – объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, $см^3$.

2.2.4. Требования к выполнению измерений.

2.2.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 5 $см^3$ электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 5 $см^3$ полученного раствора в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 200–300 $см^3$ воды, 20 $см^3$ раствора серной кислоты.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

Из бюретки приливают раствор соли Мора до полного восстановления хромового ангидрида, т.е. до окрашивания раствора в зеленовато-голубой цвет и избыток 3-5 $см^3$. Затем титруют раствором марганцовокислого калия до появления слабо розовой окраски, неисчезающей в течение I мин.

2.2.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.2.5.I. Массовую концентрацию хромового ангидрида в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (3)

$$C = \frac{(V_1 K_1 - V_2) \cdot 0,00333 \cdot K_2 \cdot 1000}{V}, \qquad (3)$$

где $V_1$ – объем раствора соли Мора, добавленный к пробе, $см^3$;

$V_2$ – объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, $см^3$;

$K_1$ – соотношение объемов растворов марганцево-кислого калия и соли Мора

0,00333 – массовая концентрация раствора марганцовокислого калия молярной концентрацией эквивалента 0,I моль/$дм^3$, выраженная в $г/см^3$ хромового ангидрида;

$K_2$ – поправка на отклонение молярной концентрации эквивалента марганцовокислого калия от 0,I моль/$дм^3$;

$V$ – объем электролита, взятый на анализ, $см^3$.

2.2.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.2.

Таблица 2

| Массовая концентрация хромового ангидрида, $г/дм^3$ | Допускаемое расхождение $г/дм^3$ |
|---|---|
| От I50 до 250 включ. | 5 |
| Св.250 " 400 " | I0 |

зк. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2.3. Методика выполнения измерений массовой концентрации окиси хрома объемным перманганатометрическим методом

2.3.1. Метод основан на окислении хрома (Ш) до хрома (УІ) надсернокислым аммонием по реакции.

$$Cr_2O_3 + 3(NH_4)_2S_2O_8 + 3H_2O = 2CrO_3 + 3(NH_4)_2SO_4 + 2HSO_4$$

с последующим определением общего хрома перманганатометрическим методом. Содержание хрома (Ш) вычисляют по разности между общим хромом и хромом (УІ).

2.3.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Средства измерений, реактивы, растворы по п.2.1.2 настоящего стандарта.

Плитка электрическая.

Аммоний надсернокислый, раствор свежеприготовленный концентрацией 200 г/дм$^3$.

Марганец сернокислый 5-водный, раствор концентрацией 100 г/дм$^3$.

Натрий хлористый, раствор концентрацией 50 г/дм$^3$.

Серебро азотнокислое, раствор концентрацией 2 г/дм$^3$.

2.3.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

Подготовку к выполнению измерений проводят по п.2.1.3 настоящего стандарта.

2.3.4. Требования к выполнению измерений.

2.3.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ отбирают пипеткой 5 см$^3$ электролита, доводят до метки водой, перемешивают.

Зак. 213. 24.04.87. Тир. 2000.

Отбирают пипеткой 5 $см^3$ полученного раствора в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 100 $см^3$ воды, 15 $см^3$ раствора серной кислоты, 1–2 капли раствора сернокислого марганца, доводят до кипения. Добавляют 2 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, 10 $см^3$ раствора надсернокислого аммония и кипятят в течение 5–10 мин до появления малиновой окраски. Затем приливают 5 $см^3$ раствора хлористого натрия.

После охлаждения раствора приливают из бюретки раствор соли Мора в количестве, равном объему раствора, затраченного при определении хромового ангидрида. Избыток соли Мора титруют раствором марганцовокислого калия до появления слабо-розовой окраски, неисчезающей в течение 1 мин.

2.3.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.3.5.1. Массовую концентрацию окиси хрома в г/$дм^3$ вычисляют по формуле (4)

$$C = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 0{,}00173 \cdot K_2 \cdot 1000}{V} \cdot 1{,}462 \quad , \qquad (4)$$

где $V_2$ – объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора при определении хромового ангидрида, $см^3$;

$V_3$ – объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора при определении окиси хрома, $см^3$.

0,00173 – массовая концентрация раствора марганцовокислого калия молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/$дм^3$, выраженная в г/$см^3$ хрома;

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

$K_2$ – поправка на отклонение молярной концентрации эквивалента марганцовокислого калия от 0,1 моль/дм$^3$;

$V$ – объем электролита, взятый на анализ, см$^3$;

1,462 – коэффициент пересчета с хрома на окись хрома.

2.3.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 5%.

2.4. Методика выполнения измерений массовой концентрации серной кислоты гравиметрическим методом

2.4.1. Метод основан на осаждении серной кислоты раствором хлористого бария в виде сернокислого бария

$$H_2SO_4 + BaCl_2 = BaSO_4 + 2HCl$$

Хром (VI) предварительно восстанавливают до хрома (III) этиловым спиртом в присутствии соляной кислоты.

$$H_2Cr_2O_7 + 3C_2H_5OH + 8HCl = 2CrCl_3 + 3C_2H_4O + 2KCl + 7H_2O$$

Хром (III) связывают уксусной кислотой в комплекс. Осадок сернокислого бария отделяют, прокаливают и взвешивают.

Погрешность измерений в диапазоне 1,50–2,50 г/дм$^3$ составляет ±0,03 г/дм$^3$, в диапазоне 2,50–4,00 г/дм$^3$ — ±0,06 г/дм$^3$.

2.4.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Средства измерений, реактивы, растворы устанавливает разд.2.

ОСТ 3-6444-88.

Кислота уксусная.

Спирт этиловый ректификованный технический.

2.4.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

2.4.3.1. Подготовку к выполнению измерений проводят по разд.2 ОСТ 3-6444-88.

2.4.4. Требования к выполнению измерений.

2.3.4.1. В химический стакан отбирают пипеткой 10 см$^3$ электролита, разбавляют водой до 100 см$^3$, приливают 20 см$^3$ соляной кислоты, доводят до кипения и осторожно прибавляют 5-10 см$^3$ этилового спирта (вместо спирта можно добавить по каплям раствор перекиси водорода) и кипятят 25-30 мин до перехода окраски раствора из желтой в темно-зеленую. Затем приливают 10 см$^3$ уксусной кислоты, нагревают до кипения, по каплям при перемешивании приливают 10 см$^3$ горячего раствора хлористого бария и кипятят 5 мин. Раствор выдерживают в теплом месте 4-6 ч, после этого фильтруют через бумажный обеззоленный фильтр. Осадок на фильтре промывают водой до удаления ионов хлора (отрицательная реакция с азотнокислым серебром).

Промытый фильтр с осадком помещают в предварительно взвешенный фарфоровый тигель, сушат, прокаливают до постоянной массы при 800-900 °С, охлаждают в эксикаторе, взвешивают.

2.4.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.4.5.1. Массовую концентрацию серной кислоты в г/дм$^3$ вычисляют по формуле (5)

$$C = \frac{m \cdot 0{,}420 \cdot 1000}{V}, \qquad (5)$$

где $m$ – масса осадка сернокислого бария, г;

0,420 – коэффициент пересчета сернокислого бария на серную кислоту;

$V$ – объем электролита, взятый на анализ, см$^3$.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2.4.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.3.

Таблица 3

| Массовая концентрация серной кислоты, г/дм$^3$ | Допускаемое расхождение. г/дм$^3$ |
|---|---|
| От 1,50 до 2,50 включ. | 0,06 |
| Св.2,50 " 4,00 " | 0,10 |

2.5. Методика выполнения измерений массовой концентрации железа фотометрическим методом

2.5.1. Массовую концентрацию железа определяют фотометрическим методом по разд.2. ОСТ 3-6443-88.

2.5.2. Требования к выполнению измерений.

2.5.2.1. В химический стакан вместимостью 300-350 см$^3$ отбирают пипеткой 5 см$^3$ электролита, приливают 100 см$^3$ воды, добавляют 3-5 г хлористого аммония и раствор аммиака до появления резкого запаха. Затем добавляют 2-3 см$^3$ перекиси водорода, доводят до кипения, кипятят в течение 5 мин, дают осадку скоагулировать. Раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр "синяя лента", промывают горячей водой и далее в соответствии с разд.2 ОСТ 3-6443-88.

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

2.6. Методика выполнения измерений массовой концентрации хромового ангидрида фотометрическим методом

2.6.1. Метод основан на измерении оптической плотности раствора электролита, обусловленной собственным поглощением ионов хрома (VI) при длине волны 440 нм.

Хром (III) и железо предварительно отделяют на катионите.

2.6.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Колонки ионообменные.

Катионит КУ-2 в $H^+$- форме.

Стаканы вместимостью 50 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 500 $см^3$.

Пипетки вместимостью 5 и 10 $см^3$ без делений и 10 $см^3$ с делениями.

Хрома (VI) окись.

2.6.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.6.3.1. Для приготовления стандартного раствора хромового ангидрида концентрацией 50 $г/дм^3$ навеску хромового ангидрида массой 5 г растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки, перемешивают.

Массовую концентрацию хромового ангидрида устанавливают по п.2.2 настоящего стандарта.

2.6.3.2. Хроматографическую колонку готовят к работе по разд.2 ОСТ 3-6444-88.

2.6.3.3. Построение градуировочного графика.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ стандартного раствора хромового ангидрида, доводят до метки водой, перемешивают.

Зак. 243 24.04.87. Тир. 2000.

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 $см^3$ полученного раствора, доводят до метки водой, перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 440 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм по отношению к воде.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам хромового ангидрида строят градуировочный график.

2.6.4. Требования к выполнению измерений.

2.6.4.1. В стакан отбирают пипеткой 5 $см^3$ электролита, добавляют 15-20 $см^3$ воды, перемешивают. Полученный раствор электролита пропускают через колонку с катионитом КУ-2 в $H^+$ - форме со скоростью 2 $см^3$/мин. Колонку промывают водой до исчезновения в промывных водах солей хрома (отсутствие желтой окраски).

Элюат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают пипеткой 10 $см^3$ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм по отношению к воде.

Массу хромового ангидрида находят по градуировочному графику.

2.6.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.6.5.1. Массовую концентрацию хромового ангидрида в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (6)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V}, \qquad (6)$$

где $m$ - масса хромового ангидрида, найденная по градуировочному графику, г;

$V$ - объем электролита, взятый для анализа, $см^3$.

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

2.6.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.2.

2.7. Методика выполнения измерений массовой концентрации хрома (Ш) фотометрическим методом

2.7.1. Метод основан на хроматографическом отделении хрома (Ш) и железа от хрома (УІ) и последующем измерении оптической плотности раствора, обусловленной собственным поглощением ионов хрома (Ш) при длине волны 590 нм.

2.7.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Средства измерений, реактивы, растворы устанавливает п.2.6.2 настоящего стандарта.

Кислота соляная, разбавленная I:I и раствор концентрацией 3 моль/дм$^3$.

Хром металлический.

2.7.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.7.3.1. Для приготовления стандартного раствора хрома концентрацией 10 г/дм$^3$ навеску хрома металлического массой 1.0000 г растворяют в 20 см$^3$ раствора соляной кислоты, разбавленной I:I, при нагревании, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

2.7.3.2. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ отбирают 1,0; 2,0; 4,0, 6,0; 8,0; 10,0 см$^3$ стандартного раствора хрома, доводят до метки водой, перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 590 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к воде. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам хрома строят градуировочный график.

Зак. 211. 24.04.87. Тир. 2000.

2.7.4. Требования к выполнению измерений.

2.7.4.I. Хром (Ш) и железо, адсорбированные катионитом после отделения хрома (УI) по п.2.6.4.1. настоящего стандарта вымывают из колонки соляной кислотой. Для этого через колонку пропускают 4 раза по I0 $см^3$ 3 М раствора соляной кислоты, а затем 4-5 раз по I0 $см^3$ воды со скоростью 2 $см^3$/мин.

Элюат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью I00 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 590 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к воде.

Массу хрома находят по градуировочному графику.

2.7.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.7.5.I. Массовую концентрацию хрома в г/$дм^3$ вычисляют по формуле (7)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V}, \qquad (7)$$

где $m$ – масса хрома, найденная по градуировочному графику, г;

$V$ – объем электролита, взятый для анализа, $см^3$.

2.7.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 4%.

2.8. Методика выполнения измерений массовой концентрации железа фотометрическим методом

2.8.I. Метод основан на хроматографическом отделении железа и хрома (Ш) от хрома (УI) и последующем измерении оптической плотности раствора, обусловленной собственным поглощением ионов железа (Ш) в 0,5 М растворе серной кислоты при длине волны 320 нм.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2.8.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Средства измерений, реактивы, растворы устанавливает п.2.6.2 настоящего стандарта.

Кюветы кварцевые толщиной 10 мм.

Кислота серная, разбавленная 1:4 и раствор концентрацией 0,5 моль/дм$^3$.

Кислота азотная.

Железо карбонильное.

2.8.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.8.3.1. Для приготовления раствора серной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм$^3$ к 970 см$^3$ воды приливают 30 см$^3$ серной кислоты перемешивают и охлаждают.

2.8.3.2. Для приготовления стандартного раствора железа концентрацией 0,1 г/дм$^3$ навеску карбонильного железа массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 50 см$^3$ раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, окисляют азотной кислотой, приливают 20 см$^3$ серной кислоты и дважды упаривают до паров серного ангидрида. Раствор охлаждают, разбавляют водой, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

2.8.3.3. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ отбирают 2,5, 5,0, 10,0, 14,0, 20,0 см$^3$ стандартного раствора железа, доводят до метки 0,5 М раствором серной кислоты и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 320 нм в кварцевой кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

2.8.4. Требования к выполнению измерений.

2.8.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ раствора, полученного после вымывания хрома и железа из колонки, доливают до метки 0,5 М раствором серной кислоты и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 320 нм в кварцевой кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

Массу железа находят по градуировочному графику.

2.8.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.8.5.1. Массовую концентрацию железа в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (8)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V}, \qquad (8)$$

где $m$ – масса железа, найденная по градуировочному графику, г;

$V$ – объем электролита, взятый для анализа, $см^3$.

2.8.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 3%.

## 3. ЭЛЕКТРОЛИТ ЧЕРНОГО ХРОМИРОВАНИЯ

3.1. Состав электролита черного хромирования приведен в табл.3.



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

Таблица 3

| Наименование компонента | Массовая концентрация, г/дм$^3$ |
|---|---|
| Ангидрид хромовый | 150–400 |
| Хром азотнокислый | 3–7 |
| Кислота борная | 8–20 |
| Алюминий фтористый | 2–5 |

В процессе работы определяют массовые концентрации составляющих электролит компонентов и примесей железа и окиси хрома.

3.2. Методика выполнения измерений массовой концентрации хромового ангидрида объемным перманганатометрическим методом

3.2.1. Массовую концентрацию хромового ангидрида определяют по п.2.2 настоящего стандарта.

3.3. Методика выполнения измерений массовой концентрации хрома (III) объемным перманганатометрическим методом

3.3.1. Массовую концентрацию хрома (III) определяют по п.2.3 настоящего стандарта.



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

3.4. Методика выполнения измерений массовой концентрации борной кислоты потенциометрическим методом

3.4.I. Метод основан на титровании комплекса борной кислоты с глицерином раствором гидроокиси натрия до pH 6,9, регистрируя значения pH с помощью pH-метра.

Погрешность измерения в диапазоне 8,0–I4,0 г/дм$^3$ составляет ±0,4 г/дм$^3$, в диапазоне I4–20 г/дм$^3$ составляет ±I г/дм$^3$.

3.4.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Средства измерений, реактивы, растворы устанавливает разд.2 ОСТ 3-6444-88.

Воронки стеклянные конические.
Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента".
Пипетка вместимостью 25 см$^3$.
Фенолфталеин, спиртовый раствор концентрацией 5 г/дм$^3$.
Барий хлористый, раствор концентрацией I00 г/дм$^3$.
Натрия гидроокись, раствор концентрацией 200 г/дм$^3$.

3.4.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

3.4.3.I. Подготовку к выполнению измерений проводят по разд.2 ОСТ3-6444-88.

3.4.4. Требования к выполнению измерений.

3.4.4.I. В мерную колбу вместимостью I00 см$^3$ отбирают пипеткой 2 см$^3$ электролита, приливают 40–50 см$^3$ воды, добавляют 20 см$^3$ раствора хлористого бария, перемешивают. Добавляют I0 см$^3$ раствора гидроокиси натрия концентрацией 200 г/дм$^3$, доводят водой до метки,



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

перемешивают. Через 30–40 мин отфильтровывают часть раствора через бумажный фильтр в сухую колбу, отбросив первую порцию фильтрата. Отбирают пипеткой 25 $см^3$ фильтрата в стакан вместимостью 300 $см^3$, добавляют 2–3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором соляной кислоты, разбавленной I:I, до исчезновения розовой окраски раствора.

Устанавливают стакан на магнитную мешалку, опускают электроды и добавляют раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,02 моль/$дм^3$ до установления pH 6,9. К раствору приливают 30 $см^3$ раствора глицерина и титруют раствором гидроокиси натрия концентрацией 0,02 моль/$дм^3$ до pH 6,9.

3.4.5. Требования к вычислению результатов измерений.

3.4.5.I. Массовую концентрацию борной кислоты в электролите в г/$дм^3$ вычисляют по формуле (7) разд.2 ОСТ 3-6444-88.

3.4.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.4.

Таблица 4

| Массовая концентрация борной кислоты, г/$дм^3$ | Допускаемое расхождение, г/$дм^3$ |
|---|---|
| От 8,0 до I4,0 включ. | 0,8 |
| Св. I4,0 " 20,0 " | 2,0 |

3.5. Методика определения массовой концентрации фтористого алюминия потенциометрическим методом

3.5.I. Метод основан на измерении электродного потенциала фторид-селективного электрода, возникающего при погружении его



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

в раствор, содержащий ионы фтора. Для поддержания постоянной ионной силы раствора добавляют 1М цитратный буферный раствор.

Погрешность измерения в диапазоне 2,00–5,00 г/дм$^3$ составляет ±0,15 г/дм$^3$.

3.5.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Мерные колбы вместимостью 50, 100, 500 см$^3$ и 1 дм$^3$.

Полиэтиленовые емкости вместимостью 500 см$^3$.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см$^3$ без делений.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 50 см$^3$.

Лабораторный pH-метр-милливольтметр.

Электрод ионоселективный с мембраной из фторида лантана.

Электрод сравнения – насыщенный хлорсеребрянный, ЭВЛ-1М3, включенный через солевой мостик. Раствор для заполнения солевого мостика-насыщенный раствор калия хлористого.

Калий хлористый.

Кислота лимонная.

Натрия гидроокись, раствор концентрацией 10,0 моль/дм$^3$ и 1,0 моль/дм$^3$.

Натрий фтористый кристаллический.

Натрий хлористый, раствор концентрацией 0,1 моль/дм$^3$.

Аммиак водный.

Хрома (VI) окись (хромовый ангидрид), раствор концентрацией 300 г/дм$^3$.

3.5.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

3.5.3.1. Для приготовления 1 М цитратного буферного раствора (pH 5,8) навеску лимонной кислоты массой 210,08 г растворяют в 200 см$^3$ раствора гидроокиси натрия концентрацией 10 моль/дм$^3$ и разбавляют водой до 1000 см$^3$ (раствор А). В мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$ помещают 360 см$^3$ раствора гидроокиси натрия концентрацией 1 моль/дм$^3$ и доводят до метки раствором А.

С.194

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

3.5.3.2. Стандартные растворы фтористого натрия готовят следующим образом:

Раствор А. Навеску фтористого натрия массой 4,2000 г помещают в мерную колбу вместимостью 1дм$^3$, доливают до метки водой, перемешивают. 1 дм$^3$ раствора А содержит $1.10^{-1}$ моль фтористого натрия.

Раствор Б. Пипеткой отбирают 50 см$^3$ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, доливают водой до метки, перемешивают.

1 дм$^3$ раствора Б содержит - $1.10^{-2}$ моль/дм$^3$ фтористого натрия. Растворы, содержащие $1.10^{-3}$ - $1.10^{-5}$ моль/дм$^3$ фтористого натрия готовят аналогично раствору Б путем последовательного разбавления предыдущих растворов.

Стандартные растворы хранят в полиэтиленовых емкостях.

3.5.3.4. Построение градуировочного графика.

В стаканы вместимостью 50 см$^3$ помещают по 5 см$^3$ раствора хромового ангидрида и отбирают пипеткой по 5 см$^3$ стандартных растворов фторидов. Приливают раствор аммиака до pH 5,8 (контроль на pH-метре), содержимое каждого стакана переводят в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, приливают 20 см$^3$ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

В химический стакан вместимостью 50 см$^3$ помещают поочередно 25-30 см$^3$ полученных растворов, начиная с низшей концентрации, погружают фторид-селективный электрод и электрод сравнения и производят измерение потенциала для каждого раствора после установления равновесного значения потенциала на pH-метре, включенном на измерение потенциалов в мВ.

С.125

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

По найденным значениям потенциалов растворов и соответствующим им концентрациям фтористого натрия строят градуировочный график на полулогарифмической бумаге, откладывая по оси ординат величину потенциала в мВ, а по оси абсцисс – концентрацию фтористого натрия в моль/дм$^3$ в логарифмическом масштабе.

Градуировочный график проверяют каждый раз перед началом работы по одному-двум стандартным растворам.

3.5.4. Требования к выполнению измерений.

3.5.4.1. В стакан вместимостью 50 см$^3$ отбирают пипеткой 5 см$^3$ электролита, приливают раствор аммиака до pH 5,8 (контроль на pH-метре), содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, приливают 20 см$^3$ буферного раствора, доливают водой до метки и перемешивают.

В стакан вместимостью 50 см$^3$ помещают 25–30 см$^3$ подготовленного таким образом раствора, погружают в него электроды, pH-метр устанавливают на измерение потенциалов в мВ и после установления равновесного значения измеряют величину электродного потенциала.

3.5.5. Требования к вычислению результатов измерений.

3.5.5.1. Массовую концентрацию фтористого алюминия в электролите в г/дм$^3$ вычисляют по формуле (9)

$$C = \frac{C_1 \cdot 19{,}00 \cdot 1000}{V} \cdot 1{,}47 \qquad (9)$$

где $C_1$ – концентрация фтористого натрия, найденная по градуировочному графику, моль/дм$^3$;

$V$ – объем электролита, взятый для анализа, см$^3$;

19,00 – молярная масса иона фтора, г/моль;

1,47 – коэффициент пересчета со фтора на фтористый алюминий.



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

3.5.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.5.

Таблица 5

| Массовая концентрация фтористого алюминия, г/дм$^3$ | Допускаемое расхождение, г/дм$^3$ |
|---|---|
| От 2,0 до 5,00 включ. | 0,25 |

3.6. Методика выполнения измерений массовой концентрации железа атомно-абсорбционным методом

3.6.I. Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения атомами железа, образующимися при распылении анализируемого раствора в пламени воздух-ацетилен, при длине волны 248,3 нм.

3.6.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом типа ЛП-2.

Ацетилен газообразный технический.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, или балон со сжатым воздухом.

Колбы мерные вместимостью I00 см$^3$.

Бюретка вместимостью 25 см$^3$.

Пипетки вместимостью 5, I0, 20 см$^3$ без делений.

Железо карбонильное техническое.

Кислота соляная, разбавленная I:I.

Хрома (УI) окись (хромовый ангидрид), раствор концентрацией 40 г/дм$^3$.



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

3.6.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

3.6.3.1. Для приготовления стандартного раствора железа концентрацией 1 г/дм$^3$ навеску карбонильного железа массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 20 см$^3$ раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, доливают водой до метки, перемешивают.

3.6.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ из бюретки приливают 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см$^3$ стандартного раствора железа приливают по 5 см$^3$ раствора хромового ангидрида, доливают водой до метки, перемешивают. Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух при одновременном просвечивании его светом резонансных частот от лампы с полым катодом при длине волны 248,3 нм. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

3.6.4. Требования к выполнению измерений.

3.6.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ отбирают пипеткой 5 см$^3$ электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см$^3$ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят водой до метки, перемешивают и измеряют величину степени поглощения излучения при введении раствора в пламя воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

Массу железа в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

3.6.5. Требования к вычислению результатов измерений.

3.6.5.I. Массовую концентрацию железа в г/дм$^3$ вычисляют по формуле (I0)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V}, \qquad (I0)$$

где $m$ – масса железа, найденная по градуировочному графику, г;

$V$ – объем электролита, взятый на анализ, см$^3$.

3.6.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 5%.

## 4. ЭЛЕКТРОЛИТ ХРОМИРОВАНИЯ С ДОБАВКОЙ СОЛЕЙ ВОЛЬФРАМА

4.I. Состав электролита хромирования с добавкой солей вольфрама приведен в табл.6.

Таблица 6

| Наименование компонента | Массовая концентрация, г/дм$^3$ |
|---|---|
| Ангидрид хромовый | I50–400 |
| Кислота серная | I–4 |
| Кислота фосфорная | I–4 |
| Натрий вольфрамовокислый I0-водный | I0–25 |

В процессе работы определяют массовые концентрации составляющих электролит компонентов и примесей железа и окиси хрома.



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

4.2. Методика выполнения измерений массовой концентрации хромового ангидрида объемным перманганатометрическим методом

4.2.1. Массовую концентрацию хромового ангидрида определяют по п.2.2. настоящего стандарта.

4.3. Методика выполнения измерений массовой концентрации окиси хрома объемным перманганатометрическим методом

4.3.1. Массовую концентрацию окиси хрома определяют по п.2.3 настоящего стандарта.

4.4. Методика выполнения измерений массовой концентрации серной кислоты гравиметрическим методом

4.4.1. Массовую концентрацию серной кислоты определяют по п.2.4 настоящего стандарта.

4.5. Методика выполнения измерений массовой концентрации фосфорной кислоты молибдатным методом с объемным ацидиметрическим окончанием

4.5.1. Метод основан на образовании фосфорной кислотой с молибдатом аммония осадка фосфоромолибдата аммония.

$$H_3PO_4 + 12(NH_4)_2MoO_4 + 21HNO_3 = [(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_4] + 21NH_4NO_3$$

С.140

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

Осадок растворяют в избытке раствора гидроокиси натрия

$$2(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_4 + 23NaOH = 11Na_2MoO_4 + (NH_4)_2MoO_4 + NaNH_4HPO_4 + 11H_2O$$

Избыток гидроокиси натрия оттитровывают раствором азотной кислоты.

Погрешность измерений в диапазоне 1,00–2,00 г/дм$^3$ составляет ±0,07 г/дм$^3$ в диапазоне 2,00–4,00 г/дм$^3$ — ±0,14 г/дм$^3$.

4.5.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 250 см$^3$.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 300 см$^3$.

Пипетка вместимостью 5 и 20 см$^3$ без делений.

Бюретка вместимостью 25 см$^3$.

Мензурки мерные вместимостью 5 и 25 см$^3$.

Воронки стеклянные конические.

Фильтры бумажные обеззоленные "желтая лента" и "синяя лента".

Кислота азотная, раствор концентрацией 0,1 моль/дм$^3$ готовят из фиксанала.

Натрия гидроокись, раствор концентрацией 0,1 моль/дм$^3$.

Аммиак водный.

Аммоний роданистый, раствор концентрацией 200 г/дм$^3$.

Калий азотнокислый, раствор концентрацией 20 г/дм$^3$.

Железо трехлористое 6-водное, раствор концентрацией 50 г/дм$^3$.

Фенолфталеин, спиртовый раствор концентрацией 5 г/дм$^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический.

Аммоний молибденовокислый.



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

4.5.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

4.5.3.1. Для приготовления раствора молибденовой жидкости готовят два раствора.

Раствор А : 50 г молибденовокислого аммония растворяют в 200 $см^3$ воды и 40 $см^3$ аммиака.

Раствор Б: Готовят раствор азотной кислоты, разбавленный 2:3.

Отбирают один объем раствора А и медленно вливают в двукратный объем раствора Б.

Полученный раствор выдерживают в течение 48 ч.

4.5.3.2. Раствор гидроокиси натрия готовят по разд.3

ОСТ 3-6443-88.

4.5.3.3. Для установления соотношения объемов растворов гидроокиси натрия и азотной кислоты отбирают пипеткой 20 $см^3$ раствора гидроокиси натрия в коническую колбу, приливают 100 $см^3$ воды, прибавляют 3-5 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором азотной кислоты до исчезновения розовой окраски раствора. Соотношение ($K_I$) вычисляют по формуле (II)

$$K_1 = \frac{V_1}{V_2}, \qquad (II)$$

где $V_1$ – объем раствора гидроокиси натрия, взятый для титрования, $см^3$;

$V_2$ – объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование, $см^3$.

С.142.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

4.5.4. Требования к выполнению измерений.

4.5.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ электролита, доводят до метки водой, перемешивают. Отбирают пипеткой 20 $см^3$ полученного раствора в стакан вместимостью 300 $см^3$, приливают 100 $см^3$ воды и 1 $см^3$ раствора треххлористого железа.

Содержимое стакана нагревают до кипения и при перемешивании приливают раствор аммиака до образования осадка гидроокиси железа. Фосфорная кислота осаждается вместе с гидроокисью железа.

Раствор с осадком выдерживают в теплом месте в течение 20 мин и фильтруют через фильтр "желтая лента". Осадок на фильтре промывают 4-5 раз горячей водой и растворяют 15-20 $см^3$ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, собирая раствор в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$.

Фильтр промывают 2-3 раза горячей водой, присоединяя промывную жидкость к основному фильтрату.

В колбу добавляют 10 г нитрата аммония, полученный раствор нагревают до 50 °С, приливают 40 $см^3$ молибденовой жидкости, встряхивают содержимое колбы в течение 5 мин и дают осадку скоагулировать в течение 2-3 ч.

Раствор фильтруют через фильтр "синяя лента" с добавлением небольшого количества бумажной массы и промывают сначала раствором азотной кислоты, разбавленной 1:50, для удаления железа (до отрицательной реакции с роданидом аммония), а затем раствором нитрата калия и водой до нейтральной реакции промывных вод.

Промытый осадок фосфоромолибдата аммония переносят вместе с фильтром в колбу, где производилось осаждение, приливают из



Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

бюретки 20 см$^3$ раствора гидроокиси натрия и взбалтывают жидкость до полного растворения желтого осадка. Если осадок полностью не растворится, добавляют еще раствор гидроокиси натрия (фиксируют объем) и продолжают взбалтывать до полного растворения осадка и исчезновения желтой окраски.

После этого стенки колбы обмывают водой, несодержащей углекислоты, прибавляют еще 50 см$^3$ воды, 5-7 капель раствора фенолфталеина и титруют 0,I М раствором азотной кислоты до исчезновения розовой окраски раствора.

4.5.5. Требования к вычислению результатов измерений.

4.5.5.I. Массовую концентрацию фосфорной кислоты в г/дм$^3$ вычисляют по формуле (I2)

$$C = \frac{(V_1 - K_1 V_2) \cdot 0{,}000135 \cdot 1000}{V} \cdot 3{,}161 , \qquad (I2)$$

где $V_1$ – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на растворение осадка, см$^3$;

$V_2$ – объем раствора азотной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, см$^3$;

$K_1$ – соотношение объемов растворов гидроокиси натрия и азотной кислоты;

0,000I35 – массовая концентрация 0,I М раствора гидроокиси натрия, выраженная в г/см$^3$ фосфора;

3,I6I – коэффициент пересчета с фосфора на фосфорную кислоту;

$V$ – объем электролита, взятый на анализ, см$^3$.



Зак. 243 24.04.87. Тир. 2000.

4.5.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.7.

Таблица 7

| Массовая концентрация фосфорной кислоты, г/дм$^3$ | Допускаемое расхождение, г/дм$^3$ |
|---|---|
| От I,00 до 2,00 включ. | 0,I0 |
| Св.2,00 " 4,00 " | 0,25 |

4.6. Методика выполнения измерений массовой концентрации вольфрамово-кислого натрия фотометрическим методом

4.6.I. Метод основан на образовании окрашенного в желто-зеленый цвет комплексного соединения вольфрама (У) с роданистым аммонием в солянокислой среде в присутствии треххлористого титана и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 4I0 нм.

Погрешность измерений в диапазоне I0,0-I5,0 г/дм$^3$ составляет ±0,6 г/дм$^3$, в диапазоне I5,0-25,0 г/дм$^3$ — ±I,0 г/дм$^3$.

Железо и хром предварительно отделяют осаждением гидроокиси натрия.

4.6.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Колбы мерные вместимостью 50, I00 и 500 см$^3$.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 200 см$^3$.

Воронки стеклянные конические.

Фильтры бумажные "синяя лента".



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

Пипетка вместимостью 5 $см^3$ без делений.

Кислота соляная.

Спирт этиловый ректификованный технический.

Натрия гидроокись, раствор концентрацией 200 $г/дм^3$.

Аммоний роданистый, свежеприготовленный раствор концентрацией 500 $г/дм^3$.

Титан металлический, раствор концентрацией 10 $г/дм^3$.

Вольфрам металлический.

Аммоний щавелевокислый, раствор концентрацией 40 $г/дм^3$.

Аммоний сернокислый.

4.6.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

4.6.3.1. Для приготовления раствора трехлористого титана навеску порошкового титана массой 1 г растворяют при нагревании в 20-25 $см^3$ раствора соляной кислоты, охлаждают, разбавляют кипяченой водой до 100 $см^3$.

4.6.3.2. Для приготовления стандартного раствора вольфрама концентрацией 1 $г/дм^3$ навеску металлического вольфрама 0,1000 г растворяют при нагревании в смеси 10 $см^3$ серной кислоты и 3 г сернокислого аммония. После полного растворения стружки раствор охлаждают, приливают 40-50 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки раствором щавелевокислого аммония и перемешивают.

4.6.3.3. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора вольфрама, добавляют 1 $см^3$ раствора роданистого аммония, 30 $см^3$ раствора соляной кислоты



Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

и по каплям при перемешивании добавляют раствор треххлористого титана до появления желтой окраски и избыток 0,5 $см^3$. Доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 410 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам вольфрама строят градуировочный график.

4.6.4. Требования к выполнению измерений.

4.6.4.1. В стакан отбирают пипеткой 5 $см^3$ электролита, доливают 30 $см^3$ соляной кислоты, 10 $см^3$ спирта, нагревают до окрашивания раствора в зеленый цвет. В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 150 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и постепенно при тщательном перемешивании переводят электролит в колбу. Содержимое колбы перемешивают и фильтруют через фильтр, отбрасывая первую порцию фильтрата.

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ отбирают пипеткой 5 $см^3$ фильтрата, разбавляют водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 5 $см^3$ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и далее в соответствии с п.4.5.3.3 настоящего стандарта.

4.6.5. Требования к вычислению результатов измерений.

4.6.5.1. Массовую концентрацию вольфрамовокислого натрия 10-водного в $г/см^3$ вычисляют по формуле (13)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V} \cdot 2,58 , \qquad (13)$$

где $m$ – масса вольфрама, найденная по градуировочному графику, г;



Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2,58 – коэффициент пересчета с вольфрама на вольфрамовокислый натрий IO-водный;

$V$ – объем электролита, взятый на анализ, $см^3$.

4.6.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.8.

Таблица 8

| Массовая концентрация вольфрамовокислого натрия, $г/дм^3$ | Допускаемое расхождение, $г/дм^3$ |
|---|---|
| От IO до I5 включ. | I |
| Св.I5 " 25 " | 2 |

4.7. Методика выполнения измерений массовой концентрации железа фотометрическим методом

4.7.I. Массовую концентрацию железа определяют по п.2.5 настоящего стандарта.

4.8. Методика выполнения измерений массовой концентрации железа атомно-абсорбционным методом

4.8.I. Массовую концентрацию железа определяют по п.3.6 настоящего стандарта.



Зак. 243. 21.01.87. Тир. 2000.

# ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

I. УТВЕРЖДЕН 05.12.88 И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Министерством

(ПРИКАЗ ЦГОС от 14.02.89 № 3 дсп )

2. СОГЛАСОВАН ЦГОС 18.11.88
ЦК Профсоюза 27.10.88

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН

за № от 1989 г.

4. Срок первой проверки

периодичность проверки

5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ



gost.e-ecolog.ru