Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения серебра

Tinless bronze.
Methods for determination of silver

ГОСТ
15027.17—86

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.87

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения серебра (при массовой доле серебра от 0,02 % до 2,5 %) и потенциометрический метод определения серебра (при массовой доле серебра от 0,4 % до 2,5 %) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5006—85.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЕБРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и измерении атомной абсорбции серебра в пламени ацетилен — воздух при длине волн 328,1 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями.

Источник излучения для серебра.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Вода, проверенная на отсутствие хлорид-ионов (для приготовления растворов и проведения анализа).

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 0,5 моль/дм^3 раствор.

Серебро по ГОСТ 6836.

Стандартные растворы серебра.

Раствор А: 0,5 г серебра растворяют в 20 см^3 раствора азотной кислоты (1:1), охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 0,5 моль/дм^3 раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г серебра.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 раствора азотной кислоты (1:1) и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см^3 в соответствии с табл. 1, доливают водой до метки и перемешивают.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Таблица 1

Массовая доля серебра, %	Вместимость мерной колбы, $см^3$	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,02 до 0,1	100	Весь раствор
Св. 0,1 » 1,0	100	10
» 1,0 » 2,5	250	10

При массовой доле серебра свыше 0,1 % в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают аликвотную часть раствора пробы согласно табл. 1, добавляют 10 $см^3$ 0,5 моль/$дм^3$ раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию серебра параллельно в растворе пробы, растворе контрольного опыта и растворах для построения градуировочного графика при длине волны 328,1 нм в пламени ацетилен — воздух.

Концентрацию серебра находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ помещают: 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б серебра, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мг серебра. Во все колбы добавляют по 10 $см^3$ 0,5 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию серебра непосредственно до и после измерения атомной абсорбции раствора пробы.

По полученным значениям строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

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

где c_1 — концентрация серебра в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/$см^3$;

c_2 — концентрация серебра в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/$см^3$;

V — объем конечного раствора пробы, $см^3$;

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

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), указанных в табл. 2.

(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 табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серебра, %	d, %	D, %
От 0,02 до 0,05 включ.	0,005	0,007
Св. 0,05 » 0,15 »	0,01	0,014
» 0,15 » 0,3 »	0,02	0,03
» 0,3 » 1,0 »	0,04	0,06
» 1,0 » 2,5 »	0,06	0,08

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 серебра проводят атомно-абсорбционным методом.

3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и потенциометрическом титровании серебра йодистым калием в аммиачной среде в присутствии винной кислоты.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Вода, проверенная на отсутствие хлорид-ионов (для приготовления растворов и проведения анализа).

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 500 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Серебро по ГОСТ 6836.

Стандартный раствор серебра: 0,25 г серебра растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты, удаляют оксиды азота кипячением, раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см^3 стандартного раствора содержит 0,001 г серебра.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, 0,05М раствор: 8,3 г йодистого калия растворяют в воде, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Установка массовой концентрации раствора йодистого калия: 50 см^3 стандартного раствора серебра помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 10 см^3 раствора винной кислоты и по каплям при непрерывном перемешивании раствор аммиака до получения pH8. pH раствора контролируют по универсальной индикаторной бумажке. Полученный раствор разбавляют водой до объема 300 см^3 и титруют потенциометрическим раствором йодистого калия до скачка потенциала.

Массовую концентрацию раствора йодистого калия (T) в граммах серебра на 1 см^3 раствора вычисляют по формуле

$$T = \frac{m_1}{V_1},$$

где m_1 — масса серебра в аликвотной части раствора, взятой для установления массовой концентрации, г;

V_1 — объем раствора йодистого калия, израсходованный на титрование, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 20 см^3 раствора азотной кислоты и растворяют на холоде, а затем при нагревании. После растворения раствор кипятят для удаления оксидов азота, охлаждают, разбавляют водой до объема 250 см^3, добавляют 10 см^3 раствора винной кислоты и по каплям при непрерывном перемешивании раствор аммиака до перехода меди в аммиачный комплекс (следует избегать избытка аммиака). Полученный раствор титруют потенциометрическим раствором йодистого калия до скачка потенциала.

3.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора йодистого калия, израсходованный на титрование, см^3;

T — массовая концентрация раствора йодистого калия, 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 табл. 2.

3.4.1, 3.4.2. **(Введены дополнительно, 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 табл. 2.

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 № 984

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 3760—79	3.2
ГОСТ 4232—74	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 5457—75	2.2
ГОСТ 5817—77	3.2
ГОСТ 6836—80	2.2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	1.1; 2.4.2б; 3.4.4

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

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

gost.e-ecolog.ru