УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения хрома

ГОСТ 11739.21—90

Aluminium casting and wrought alloys
Methods for determination of chromium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле хрома от 0,1 до 1,0%), фотометрические (при массовой доле хрома соответственно от 0,05 до 1,0% и от 0,001 до 0,15%), атомно-абсорбционный (при массовой доле хрома от 0,01 до 1,0%) методы определения хрома

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

2 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

2.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси серной и азотной или в смеси ортофосфорной, азотной и серной кислот, окислении хрома до шестивалентного надсернокислым аммонием в присутствии катализатора — азотнокислого серебра и титровании хромовой кислоты раствором сульфата закисного железа в присутствии фенилантраниловой кислоты или дифениламина в качестве индикатора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³ и раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см³

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, плотностью 1,70 г/см³.

Смесь кислот А: к 100 см³ воды приливают 200 см³ серной кислоты и после охлаждения — 200 см³ азотной кислоты, смесь осторожно перемешивают.

Смесь кислот Б: 500 см³ ортофосфорной кислоты смешивают с 400 см³ азотной и 100 см³ серной кислоты.

Марганец сернокислый 5-водный по ГОСТ 435.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 1 г/дм³.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 100 г/дм³.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³ (0,007355 г/см³ — T_1): 7,3548 г перекристаллизованного двухромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают раствор.

Для перекристаллизации 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 см³ воды при нагревании до кипения раствора Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Раствор охлаждают ледяной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре (102 ± 2)°С, измельчают и окончательно высушивают при температуре (200 ± 5)°С в течение 10—12 ч.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³. 40 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 800 см³ и растворяют в 500 см³ воды, приливают 100 см³ раствора серной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают раствор

Для установления массовой концентрации соли Мора по хрому (T) в две конические колбы вместимостью по 250 см³ помещают по 10 см³ раствора двухромовокислого калия, разбавляют до 150 см водой, добавляют 10 см³ серной кислоты, 3 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают, добавляют шесть капель фенилантраниловой кислоты или пять капель дифениламина и титруют раствором соли Мора до перехода малиновой окраски раствора в зеленую или фиолетовой в зеленую

Массовую концентрацию соли Мора по хрому (T), г/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{T_1 \cdot V_1 \, 0{,}3535}{V}, \qquad (1)$$

где T_1 — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия, г/см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования, см³;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование двухромовокислого калия, см³,

0,3535 — коэффициент пересчета массы двухромовокислого калия на массу хрома.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантраниловая по ТУ 6—09—3501, раствор 2 г/дм³: 0,2 г фенилантраниловой кислоты и 0,2 г углекислого натрия растворяют в 50 см³ воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Дифениламин по ГОСТ 5825, раствор 5 г/дм³ в концентрированной серной кислоте.

2.3 Проведение анализа

2.3.1 Навеску пробы массой 2 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ смеси кислот А и растворяют при умеренном нагревании. При анализе сплавов, содержащих более 1% кремния, пробу растворяют в 50 см³ смеси кислот Б.

После растворения пробы приливают 200 см³ горячей воды, растворяют соли и охлаждают раствор. Затем приливают 10 см³ раствора азотнокислого серебра и 25 см³ раствора надсернокислого аммония, нагревают содержимое колбы до кипения и кипятят до появления малиновой окраски, указывающей на полноту окисления хрома. В том случае, если анализируемый сплав не содержит марганец, после растворения солей в раствор добавляют кристаллик сернокислого марганца. Раствор продолжают кипятить до прекращения выделения мелких пузырьков. Затем добавляют 5 см³ раствора хлористого натрия и кипятят раствор до исчезновения малиновой окраски.

Охлажденный раствор титруют раствором соли Мора в присутствии 5—6 капель фенилантраниловой кислоты до изменения окраски раствора от малиновой до зеленой или в присутствии 4—5 капель дифениламина до изменения окраски раствора от фиолетовой до зеленой.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{T\,V\,100}{m}, \qquad (2)$$

где T — установленная массовая концентрация раствора соли Мора по хрому (титр), г/см³,

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование хрома, см³;

m — масса навески пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля хрома, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,25 включ.	0,02	0,03
Св 0,25 до 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА (от 0,05 до 1,00%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси ортофосфорной, серной и азотной кислот, образовании после окисления хрома до шестивалентного надсернокислым аммонием розового комплекса с дифенилкарбазидом и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 546 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, плотностью 1,70 г/см^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3 и раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Смесь кислот, состоящая из 550 см^3 воды, 40 см^3 серной кислоты, 40 см^3 ортофосфорной кислоты и 50 см^3 азотной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 4 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 8 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

1,5-Дифенилкарбазид по ТУ 6—09—07—1672, свежеприготовленный спиртовой раствор 1,5 г/дм^3: 0,15 г дифенилкарбазида помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 15 см^3 этилового спирта и, подогрев колбу в горячей воде, оставляют на 15 мин, после чего доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Хром металлический по ГОСТ 5905 марки Х99.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,5 г металлического хрома помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 60 см

раствора серной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г хрома.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г хрома.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 25 см³ смеси кислот. По окончании растворения пробы добавляют 20—25 см³ воды и фильтруют раствор, если он не прозрачен, в коническую колбу вместимостью 250 см³ через фильтр средней плотности («белая лента»). Фильтр с осадком промывают 2—3 раза небольшими порциями горячей воды и отбрасывают, если массовая доля кремния в анализируемом сплаве не превышает 1%.

3.3.2. При массовой доле кремния свыше 1% фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 2—3 мин. После охлаждения в тигель добавляют четыре капли серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха и приливают к сухому остатку в тигле 2—3 см³ воды и 2—3 см³ раствора серной кислоты. При необходимости раствор фильтруют через маленький плотный фильтр («синяя лента») и присоединяют к основному фильтрату в конической колбе.

3.3.3. К фильтрату добавляют 5 см³ раствора азотнокислого серебра, 5 см³ раствора надсернокислого аммония, нагревают раствор и кипятят в течение 1 мин. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Аликвотную часть раствора 10 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до 50—60 см³, приливают 10 см³ раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают раствор.

3.3.5. Оптическую плотность раствора измеряют через 15—20 мин в кювете с толщиной слоя 20 мм при массовой доле хрома от 0,05 до 0,5% и 10 мм при массовой доле хрома свыше 0,5% при длине волны 546 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.6. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 3.3.1, 3.3.3, 3.3.4, используя вместо навески пробы навеску алюминия. Массовую долю хрома рассчитывают по градуировочному графику.

3.3.7 *Построение градуировочных графиков*

3 3 7.1. При массовой доле хрома от 0,05 до 0,5 % в семь конических колб вместимостью по 100 см³ помещают навески алюминия массой 0,1 г и растворяют в 25 см³ смеси кислот. В шесть из них отмеряют 0,5;1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Г, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г хрома.

3.3.7.2. При массовой доле хрома от 0,5 до 1,0% в семь конических колб вместимостью по 100 см³ помещают навески алюминия массой 0,1 г и растворяют в 25 см³ смеси кислот. В шесть из них отмеряют 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0008; 0,0009; 0,001 г хрома.

3.3.7.3. В колбы добавляют 20—25 см³ воды, 5 см³ раствора азотнокислого серебра, 5 см³ раствора надсернокислого аммония и продолжают по пп. 3.3.3, 3.3.4, 3.3.5.

Раствор в колбе, не содержащий хрома, в каждом случае служит раствором контрольного опыта при построении градуировочных графиков.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам хрома строят градуировочные графики.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю хрома (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (3)$$

где m — масса хрома в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,050 до 0,100 включ	0,009	0,010
Св 0,100 » 0,250 »	0,020	0,025
» 0,25 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 0,75 »	0,04	0,05
» 0,75 » 1,00 »	0,06	0,08

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА (от 0,001 до 0,15%)

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе гидроокиси натрия, образовании после нейтрализации раствора серной кислотой и окисления хрома до шестивалентного марганцовокислым калием розового комплекса с дифенилкарбазидом и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 546 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 6 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3 и раствор 1 : 1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, плотностью 1,70 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 10 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

1,5-Дифенилкарбазид по ТУ 6—09—07—1672, раствор 1 г/дм^3 свежеприготовленный: 0,1 г дифенилкарбазида помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 15 см^3 этилового спирта и, подогрев в горячей воде, оставляют на 15 мин, после чего раствор доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Хром металлический по ГОСТ 5905 марки Х99.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,5 г металлического хрома помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 60 см^3 раствора серной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор В: 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,00001 г хрома.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 гидроксида натрия и растворяют сначала при комнатной температуре, а затем при нагревании.

По растворении пробы приливают 20 см^3 раствора серной кислоты и 1 см^3 ортофосфорной кислоты. Обмывают стенки колбы во-

дой и фильтруют раствор, если он не прозрачен, в коническую колбу вместимостью 250 см³ через фильтр средней плотности («белая лента»). Фильтр с осадком промывают 2—3 раза небольшими порциями горячей воды и отбрасывают, если массовая доля кремния в анализируемом сплаве не превышает 1%.

4.3.2. При массовой доле кремния свыше 1% фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 2—3 мин. После охлаждения в тигель добавляют четыре капли серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор выпаривают досуха и к сухому остатку в тигле приливают 2—3 см³ воды и 2—3 см³ раствора серной кислоты. При необходимости раствор фильтруют и присоединяют к основному фильтрату.

Фильтрат вместе с промывными водами переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.3. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 3, при необходимости разбавляют до 50 см³ водой, нагревают и прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски, кипятят раствор 5 мин, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 10 см³ раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают

Таблица 3

Массовая доля хрома, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески пробы в аликвотной части раствор
От 0,001 до 0,01 включ	50	0,5
Св 0,01 » 0,15 »	5	0,05

4.3.4. Оптическую плотность раствора измеряют через 15 мин при длине волны 546 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

4.3.5. Раствор контрольного опыта готовят по пп 4.3.1, 4.3.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

Массовую долю хрома рассчитывают по градуировочному графику.

4.3.6. *Построение градуировочных графиков*

4.3.6.1. При массовой доле хрома от 0,001 до 0,01% в шесть конических колб вместимостью по 250 см³ помещают навески алюминия массой 1 г и растворяют в 20 см³ раствора гидроксида нат-

рия. Затем в пять колб отмеряют 1,0; 3,0; 5.0; 7,0; 10,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,00001; 0,00003; 0,00005; 0,00007; 0,0001 г хрома.

4.3.6.2. При массовой доле хрома свыше 0,01 до 0,15% в девять конических колб вместимостью по 250 см³ помещают навески алюминия массой 1 г и растворяют в 20 см³ раствора гидроксида натрия. Затем в восемь колб отмеряют 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0003; 0,0005; 0,0007; 0,0009; 0,0011; 0,0013; 0,0015 г хрома.

4.3.6.3. В колбы приливают по 20 см³ раствора серной кислоты и продолжают по пп. 4.3.2; 4.3.3. Раствор, не содержащий хрома, служит в каждом случае раствором контрольного опыта при построении градуировочных графиков.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам хрома строят градуировочные графики.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю хрома (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (4)$$

где m — масса хрома в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

4.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля хрома, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,0010 до 0,0020 включ	0,0004	0,0005
Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0008	0,0010
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0015
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,003
» 0,030 » 0,050 »	0,003	0,004
» 0,050 » 0,100 »	0,006	0,008
» 0,10 » 0,15 »	0,01	0,02

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем измерении атомной

абсорбции хрома при длине волны 357,9 нм в восстановительном пламени ацетилен-воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для хрома.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3 и растворы 1 : 1, 1 : 99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм^3.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм^3: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см^3, добавляют 50 см^3 воды и небольшими порциями 300 см^3 раствора соляной кислоты 1 : 1 и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см^3 раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Хром металлический по ГОСТ 5905 марки Х99.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 1 г хрома помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 50 см^3 соляной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения хрома раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

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

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 воды и затем небольшими порциями 25 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1). Колбу накрывают часовым стеклом, нагревают до полного растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3 мин.

Часовое стекло и стенки колбы ополаскивают водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

5.3.2. При массовой доле кремния менее 1% раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

5.3.3. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания

растворения по п. 5.3.1 раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты (1 : 99) порциями по 10 см³ (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3 мин После охлаждения к содержимому тигля добавляют 4 капли серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора Далее раствор упаривают досуха, после охлаждения остаток смачивают 2—3 см³ воды и растворяют в 2—3 см³ раствора соляной кислоты (1 · 1) при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

5 3 4. В зависимости от массовой доли хрома согласно табл. 5 отбирают аликвотную часть основного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты (1 1), доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 5

Массовая доля хрома, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г
От 0,01 до 0,1 включ	Весь раствор	0,5
Св 0,1 » 0,5 »	20	0,1
» 0,5 » 1,0 »	10	0,05

5 3 5. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 5 3 1, 5.3 2, 5.3.3, 5.3 4, используя вместо навески пробы навеску алюминия

5 3 6 *Построение градуировочных графиков*

5 3 6.1. При массовой доле хрома от 0,01 до 0,1% в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5, 2,5; 3,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,00025; 0,00035, 0,0005 г хрома

5 3 6 2 При массовой доле хрома свыше 0,1 до 0,5 % в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 5 см³ раствора алюминия, добавляют по 5 см³ раствора соляной кислоты (1 . 1), в пять из них отмеряют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0, 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г хрома

5.3 6 3 При массовой доле хрома свыше 0,5 до 1,0% в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 2,5 см³ ра-

створа алюминия, по 5 см³ раствора соляной кислоты (1 1), в шесть из них отмеряют 2,5, 3,0. 3,5, 4,0, 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00025, 0,0003, 0,00035, 0,0004; 0,00045, 0,0005 г хрома

5 3 7 Растворы в колбах по пп 5 3 6 1, 5 3 6 2 и 5 3 6 3 доливают водой до метки и перемешивают

5 3 8 Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочных графиков распыляют в восстановительное пламя ацетилен воздух и измеряют атомную абсорбцию хрома при длине волны 357,9 нм

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям хрома строят градуировочные графики

Массовую концентрацию хрома в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику

5 4 Обработка результатов

5 4 1. Массовую долю хрома (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(C_1 - C_2)\,V}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

где C_1 — массовая концентрация хрома в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³,

C_2 — массовая концентрация хрома в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³,

V — объем раствора пробы, см³,

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

5 4 2 Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл 6

Таблица 6

Массовая доля хрома, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0 010 до 0 025 вкл	0,003	0,005
Св 0,025 » 0 050 »	0,005	0,008
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,100 » 0 250 »	0,012	0,015
» 0,25 » 0 50 »	0 02	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,04	0,05

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **В. И. Клитина**, канд. хим. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук, **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук, **Л. Н. Виксне**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1962

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт соответствует ИСО 3978 в части алюминиевых деформируемых сплавов, сущности метода, измерения оптической плотности раствора и обработки результатов; ИСО 4193 в части алюминиевых деформируемых сплавов, сущности метода, растворения пробы, измерения атомной абсорбции и обработки результатов

5. ВЗАМЕН ГОСТ 11739.21—78

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.2	ГОСТ 5905—79	3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 435—77	2.2	ГОСТ 6552—80	2.2; 3.2, 4.2
ГОСТ 1277—75	2.2, 3.2	ГОСТ 10484—78	3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 3118—77	5.2	ГОСТ 10929—76	5.2
ГОСТ 4038—79	5.2	ГОСТ 11069—74	3.2, 4.2 5.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 4.2; 5.2	ГОСТ 18300—87	2.2 4.2
ГОСТ 4208—72	2.2	ГОСТ 20478—75	2.2, 3.2
ГОСТ 4220—75	2.2	ГОСТ 20490—75	4.2
ГОСТ 4233—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 4328—77	4.2	1 6 09 3501 74	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2 3.2, 4.2, 5.2	ТУ 6-09-07-1672—88	3.2 4.2
ГОСТ 5639—82	3.2		
ГОСТ 5829—70	2.2		

gost.e-ecolog.ru