

ГОСТ 15027.18—86

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

Издание официальное



БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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 см³ раствора азотной кислоты, раствор кипятят для удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,05 г меди.

Хром марки Х99Б по ГОСТ 5905.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 0,5 г хрома растворяют в 25 см³ раствора соляной кислоты или 1,4145 г двуххромовокислого калия, предварительно высушенного при температуре 150 °С до постоянной массы и растворяют в воде. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью по 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г хрома.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1986
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

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) надсерноокислым 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/дм³.

Аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478, раствор 100 г/дм³, свежеприготовленный.

Калий двухромовоокислый по ГОСТ 4220, 0,017М раствор: 2,4517 г двухромовоокислого калия, предварительно высушенного при 150 °С до постоянной массы, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается приготовление раствора из фиксаля.

1 см³ раствора содержит 0,0008667 г хрома.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, 0,05М раствор: 19,6 г соли Мора растворяют в 800 см³ воды, содержащей 60 см³ раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Установка массовой концентрации раствора соли Мора: 20 см³ раствора двухромовоокислого калия помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 6 см³ раствора серной кислоты, разбавляют водой до объема 300 см³ и титруют потенциометрически раствором соли Мора.

Массовую концентрацию раствора (T), выраженную в граммах хрома на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем раствора двухромовоокислого калия, отобранный для титрования, см³;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

0,0008667 — масса хрома, соответствующая 1 см³ раствора двухромовоокислого калия, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 25 см³ раствора азотной кислоты с добавлением 5 капель фтористоводородной кислоты и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения добавляют 30 см³ раствора серной кислоты и раствор выпаривают до начала выделения дыма серной кислоты, охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и осторожно добавляют 300 см³ воды, 15 см³ раствора азотнокислого серебра, 40 см³ раствора надсерноокислого аммония и вносят в раствор несколько стеклянных шариков. Стакан накрывают стеклом и кипятят 15 мин. Добавляют 5 см³ 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, см³;

T — массовая концентрация раствора соли Мора, г/см³;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допустимых 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

РАЗРАБОТЧИКИ

В.Н. Федоров, Ю.М. Лейбов, Ю.М. Дедков, А.Н. Боганова, Е.Я. Нейман, Л.В. Морейская,
И.А. Воробьева

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 пункта, подпункта
ГОСТ 859—78	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; 2.4.26; 3.4.4

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1991 г. (ИУС 1—92)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.04.99. Подписано в печать 14.05.99. Усл.печл. 0,93. Уч.-издл. 0,55.
Тираж 137 экз. С 2825. Зак. 406.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102