

## БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

## Методы определения хрома

ГОСТ

15027.18—86

Tinless bronze.

Methods for determination of chromium

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, реагенты 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<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, раствор кипятят для удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,05 г меди.

Хром марки X99Б по ГОСТ 5905.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Стандартные растворы хрома.

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

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г хрома.

## С. 2 ГОСТ 15027.18—86

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения дыма хлорной кислоты. После охлаждения добавляют 50 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть 25 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> помещают по 1 см<sup>3</sup> раствора меди; в восемь из них добавляют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>;

$c_2$  — концентрация хрома в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем конечного раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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, реагенты 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<sup>3</sup>.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

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

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0008667 г хрома.

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

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

Массовую концентрацию раствора (*T*), выраженную в граммах хрома на 1 см<sup>3</sup> раствора, вычисляют по формуле

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

где *V*<sub>1</sub> — объем раствора двухромовокислого калия, отобранный для титрования, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>2</sub> — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,0008667 — масса хрома, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.3. Проведение анализа

Навеску пробы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с добавлением 5 капель фтористоводородной кислоты и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и раствор выпаривают до начала выделения дыма серной кислоты, охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и осторожно добавляют 300 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 40 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония и вносят в раствор несколько стеклянных шариков. Стакан накрывают стеклом и кипятят 15 мин. Добавляют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

*T* — массовая концентрация раствора соли Мора, г/см<sup>3</sup>;

*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; 2.4.26; 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)