

# Изменение № 2 ГОСТ 23859.3—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения хрома

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 724

Дата введения 01.10.90

Наименование стандарта. Заменить слово: «метод» на «методы»; «method» на «methods».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и фотометрический методы определения хрома (при массовой доле его от 0,15 до 1,3 %) в жаропрочных медных сплавах».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Стандарт дополнить абзацами (после разд. 1):

## «Титриметрический метод определения хрома

Метод основан на окислении хрома (III) до хрома (IV) надсернистым аммонием в сернокислой среде в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора, восстановления хрома (VI) избыточным количеством соли Мора и определении избытка железа (II) потенциометрическим титрованием раствором двуххромовокислого калия или раствором марганцевокислого калия с визуальным установлением конца титрования».

Раздел 2. Седьмой абзац. Заменить значение: 5 г/дм<sup>3</sup> на 0,6 г/дм<sup>3</sup>.

Раздел 2, пункт 4.1. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 4.1. Формула. Экспликация. Заменить слова: «общего количества» на 10 см<sup>3</sup>.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,005+0,05X,$$

где  $X$  — массовая доля хрома, %».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3—4.5:

«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, вычисленных по формуле

$$D=0,007+0,07X,$$

где  $X$  — массовая доля хрома, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводится по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87.

4.5. Метод применяется при разногласиях в оценке качества жаропрочных бронз».

Стандарт дополнить разделами — 5—7:

## «Фотометрический метод определения хрома

Метод основан на образовании хрома (VI) с дифенилкарбазидом окрашенного в фиолетовый цвет комплекса и измерении оптической плотности полученного раствора.

## 5. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 1497—84.

Смесь кислот: к 50 см<sup>3</sup> воды добавляют 40 см<sup>3</sup> серной кислоты и 40 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 4 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор 80 г/дм<sup>3</sup>.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Дифенилкарбазид, раствор 1,5 г/дм<sup>3</sup>: 0,15 г реагента помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> этилового спирта, оставляют на 5—10 мин, нагревают до растворения, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартные растворы хрома

Раствор А: 0,283 г двухромовокислого калия, предварительно высушенного при 140—150 °С, растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, до метки доливают водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0002 г хрома.

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00002 г хрома.

## 6. Проведение анализа

6.1. Навеску бронзы массой 0,25 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 1—2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения раствор охлаждают, добавляют 5 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, растворяют соли в 30—40 см<sup>3</sup> горячей воды при нагревании. Раствор переносят в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> прокипяченной азотной кислоты (1:1), доливают водой до 150 см<sup>3</sup> и проводят электролиз, как указано в ГОСТ 23859.1—79.

При массовой доле хрома в бронзе до 0,4 % электролит выпаривают до объема 70—80 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и до метки доливают водой. При массовой доле хрома свыше 0,4 % электролит переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и до метки доливают водой. В зависимости от массовой доли хрома отбирают аликвотную часть раствора (см. таблицу) и помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

| Массовая доля хрома, % | Объем раствора пробы, см <sup>3</sup> | Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup> | Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г |
|------------------------|---------------------------------------|--|---|
| От 0,15 до 0,2 включ.  | 100                                   | 20   | 0,05  |
| Св. 0,2 » 0,4 »        | 100                                   | 10   | 0,025   |
| » 0,4 » 0,8 »          | 250                                   | 10   | 0,01  |
| » 0,8 » 1,3 »          | 250                                   | 5  | 0,005   |

Раствор выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты, охлаждают, соли растворяют в 5 см<sup>3</sup> воды. Затем добавляют 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, 1 см<sup>3</sup> ра-

створа азотнокислого серебра, 5 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония, раствор нагревают и кипятят 3—5 мин до полного разложения надсернокислого аммония.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют воды до объема 60 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают.

Сразу измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектрокolorиметре с желто-зеленым светофильтром или на спектрофотометре при 546 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см<sup>3</sup>. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

## 6.2. Построение градуировочного графика

В пять из шести стаканов вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б хрома. Во все стаканы добавляют по 1 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4) и дважды выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Соли растворяют в 5 см<sup>3</sup> воды, добавляют по 20 см<sup>3</sup> смеси кислот и далее поступают, как указано в п. 5.3.1.

В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий хрома.

## 7. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — массовая доля хрома, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m$  — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

7.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d = 0,01 + 0,06X,$$

где  $X$  — массовая доля хрома в сплаве, %.

7.3. 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, вычисленных по формуле

$$D = 0,01 + 0,08X,$$

где  $X$  — массовая доля хрома в сплаве, %.

7.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз в соответствии с ГОСТ 25086—87».