УДК 669.45.'75 : 546.74.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Методы определения никеля

Lead-antimony alloys. Methods for the determination of nickel

ГОСТ 1293.13—83

(СТ СЭВ 3622—82)

ОКП 17 2532

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 703 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения массовой доли никеля от 0,0005 до 0,005% в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3622—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1293.0—83.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси азотной и винной кислот, распылении растворов в воздушно-ацетиленовое пламя и измерении величины поглощения линии никеля 232,0 нм.

2.2. Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм), в зависимости от используемой аппаратуры.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 400 г/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, перегнанная в кварцевом аппарате, или кислота азотная по ГОСТ 11125—78 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—77, 20%-ный раствор.

Никель по ГОСТ 849—70.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление стандартных растворов никеля*

Раствор А: 0,1 г никеля растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1) при нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 100 мкг никеля.

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

1 см³ раствора Б содержит 10 мкг никеля.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ вносят 2,5; 4; 6; 8 и 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,25; 0,4; 0,6; 0,8 и 1 мкг/см³ никеля. Во все колбы приливают по 10 см³ раствора винной кислоты, 25 см³ азотной кислоты (1 : 3) и 40 см³ раствора азотнокислого свинца, доводят до метки водой и перемешивают.

2.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ раствора винной кислоты, 35 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3) и растворяют при нагревании. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Анализируемые и стандартные растворы распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линии никеля 232,0 нм на атомно-абсорбционном спектрофотометре.

Условия измерения подбирают в соответствии с применяемым прибором. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора.

На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают в режиме «концентрация» и результат получают на табло, мкг/см³, или в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов», или по градуировочному графику.

На остальных спектрофотометрах работают в режиме «поглощение» с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показаний по стрелочному или цифровому прибору.

Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для анализируемого раствора и двух стандартных растворов, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для анализируемого раствора.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Если измерение проводят на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: C — концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см³; L — высота пика, мм.

При измерении величины поглощения линии определяемого элемента по стрелочному и цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: C — концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см³; N — показания стрелочного или цифрового прибора.

Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где C_1 — концентрация никеля в анализируемом растворе, мкг/см³;

C_2 — концентрация никеля в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V — объем раствора сплава, см³;

m — масса навески сплава, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,0009	0,0002
Св. 0,0009 » 0,002	0,0003
» 0,002 » 0,005	0,0006

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте в присутствии виннокислого натрия, экстракции комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом хлороформом из аммиачного раствора. После реэкстракции соляной кислотой и окислении бромом измеряют оптическую плотность комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом при длине волны 445 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,5 М раствор.

Натрий виннокислый по ГОСТ 3656—78, 20%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1 и 1 : 50.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 0,1 %-ный раствор в растворе аммиака 1 : 1.

Хлороформ.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода бромная, насыщенная.

Никель по ГОСТ 849—70.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление стандартных растворов никеля.*

Раствор А: 0,1 г никеля растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1) в стакане вместимостью 250 см³ и кипятят до полного удаления окислов азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг никеля.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг никеля.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 50 см³ наливают 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг никеля. В шестую колбу стандартный раствор никеля не вводят. Во все колбы прибавляют 0,5—1 см³ раствора виннокислого натрия и 1 см³ бромной воды. Через 10 мин приливают 5 см³ раствора аммиака (1 : 1), 5 см³ раствора диметилглиоксима, доводят водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 445 нм. Раствором сравнения служит вода.

По полученным значениям оптической плотности растворов (за вычетом оптической плотности раствора, в который не вводили стандартный раствор никеля) и соответствующим им содержаниям никеля строят градуировочный график.

3.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г при массовой доле никеля от 0,0005 до 0,001% или 1 г при массовой доле никеля от 0,001 до 0,005% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют соответственно в 30 или 15 см³ раствора азотной кислоты (1 : 2). Кипятят до полного удаления окислов азота. Прибавляют 15 см³ раствора виннокислого натрия и охлаждают. Переводят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см³. Раствором аммиака (1 : 1) доводят pH раствора до 8—9 по индикаторной бумаге, добавляют 2 см³ раствора диметилглиоксима, перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем раствор экстрагируют два раза, применяя каждый раз по 5 см³ хлороформа и встряхивая в течение 1 мин.

Объединенные экстракты промывают один раз 5 см³ раствора аммиака (1 : 50). Затем хлороформный экстракт реэкстрагируют два раза, применяя по 5 см³ раствора соляной кислоты и встряхивая каждый раз в течение 1 мин. Объединенные водные реэкстракты переводят количественно в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 0,5—1 см³ раствора виннокислого натрия, 1 см³ бромной воды и далее поступают как указано в п. 3.3.2.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу никеля находят по градуировочному графику.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m_1 — масса никеля в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески сплава, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P^1 = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Изменение № 1 ГОСТ 1293.13—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4206

Дата введения 01.07.88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.
Пункт 2.2. Заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84.

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1293.13—83)

Пункты 3.1, 3.3.2 после значения 445 нм дополнить словами: «на спектрофотометре или в области длин волн 440—455 нм на фотоэлектроколориметре».

(ИУС № 2 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.13—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения никеля

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2925

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 3622—82).**

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 2.2. Шестой абзац. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор 200 г/дм^3».

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить значение: 0,1 г на 0,1000 г.

Пункт 2.4. Первый абзац. Заменить значение: 5 г на 5,0000 г.

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции:

«2.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля никеля, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0002	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0002	0,0003	0,0003
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005	0,0005

(Продолжение см. с. 54)

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в таблице, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

Пункт 3.2. Четвертый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 3656—78, 20 %-ный раствор» на «раствор 200 г/дм³»;

шестой абзац. Заменить слова: «0,1%-ный раствор» на «раствор 1 г/дм³».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,1 г на 0,1000 г, «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить значения и слова: 2 г на 2,0000 г; 1 г на 1,0000 г; «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в таблице, при выполнении следующих условий. расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.13—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения никеля

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2925

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 3622—82).**

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 2.2. Шестой абзац. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор 200 г/дм^3».

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить значение: 0,1 г на 0,1000 г.

Пункт 2.4. Первый абзац. Заменить значение: 5 г на 5,0000 г.

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции:

«2.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля никеля, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0002	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0002	0,0003	0,0003
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005	0,0005

(Продолжение см. с. 54)

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в таблице, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

Пункт 3.2. Четвертый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 3656—78, 20 %-ный раствор» на «раствор 200 г/дм^3»;

шестой абзац. Заменить слова: «0,1%-ный раствор» на «раствор 1 г/дм^3».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,1 г на 0,1000 г, «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить значения и слова: 2 г на 2,0000 г; 1 г на 1,0000 г; «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в таблице, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru