УДК

Группа Т99

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ЭЛЕКТРОЛИТЫ НИКЕЛИРОВАНИЯ
Методики выполнения измерений
содержаний компонентов

ОСТ 3-6444-88

ОКСТУ 0009

Дата введения 01.09.89

Настоящий стандарт распространяется на электролит никелирования и устанавливает требования к выполнению измерений массовых концентраций компонентов, составляющих электролиты матового и блестящего никелирования.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования устанавливает ОСТ 3 - 6442 - 88

2. ЭЛЕКТРОЛИТ МАТОВОГО НИКЕЛИРОВАНИЯ

2.I. Состав электролита матового никелирования приведен в табл.I.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Таблица I

Наименование компонента	Массовая концентрация, г/дм^3
Никель хлористый 6-водный	30-40
Никель сернокислый 7-водный	140-200
Натрий сернокислый 10-водный	60-80
Кислота борная	25-40

В процессе работы определяют массовые концентрации составляющих электролит компонентов и примесей цинка, меди, железа.

2.2. Методика выполнения измерений массовой концентрации хлористого никеля аргентометрическим методом

2.2.I. Метод основан на титровании ионов хлора азотнокислым серебром в присутствии в качестве индикатора хромовокислого калия, образующего с избытком азотнокислого серебра осадок красного цвета

$$2AgNO_3 + NiCl_2 = 2AgCl + Ni(NO_3)_2$$

$$2AgNO_3 + K_2CrO_4 = Ag_2CrO_4 + 2KNO_3$$

Погрешность измерения в диапазоне 300-400 г/дм^3 составляет ±0,7 г/дм^3.

2.I.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Весы аналитические.

Колбы мерные вместимостью I00 см^3 и I дм^3.

Мензурка мерная вместимостью I00 см^3.

Пипетка вместимостью I0 см^3 без делений.

Воронки стеклянные конические.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

Колба коническая вместимостью 250 $см^3$.

Фильтры бумажные.

Бюретка вместимостью 25 $см^3$.

Серебро азотнокислое, раствор концентрацией 0,05 моль/$дм^3$.

Калий хромовокислый, раствор концентрацией 100 г/$дм^3$.

Натрий хлористый.

2.2.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.2.3.1. Для приготовления раствора азотнокислого серебра навеску азотнокислого серебра массой 8,5 г растворяют в 200 $см^3$ воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Для установления молярной концентрации раствора азотнокислого серебра в коническую колбу помещают 0,1000 г хлористого натрия, предварительно высушенного при 120–150 °С до постоянной массы. Навеску хлористого натрия растворяют в 50–60 $см^3$ воды, добавляют 2–3 капли раствора хромовокислого калия и медленно титруют раствором азотнокислого серебра до появления осадка красно-бурого цвета, неисчезающего при перемешивании.

Молярную концентрацию раствора азотнокислого серебра вычисляют по формуле (1)

$$C = \frac{m \cdot 169,90}{V \cdot 58,45} = 2,906 \cdot \frac{m}{V} \qquad (1)$$

где m – масса навески хлористого натрия, г;

169,90 – молярная масса молекулы азотнокислого серебра, г/моль;

58,45 – молярная масса молекулы хлористого натрия, г/моль;

V – объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, $см^3$.

С.56

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2.2.4. Требования к выполнению измерений.

2.2.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой 10 см^3 электролита, доводят до метки водой, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см^3 полученного раствора в коническую колбу, приливают 50–60 см^3 воды, добавляют 4–5 капель раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра до появления красно-бурой окраски раствора неисчезающей в течение 1–2 мин.

2.2.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.2.5.1. Массовую концентрацию хлористого никеля в г/дм^3 вычисляют по формуле (2)

$$C = \frac{V_1 \cdot 0{,}00594 \cdot 1000 \cdot K}{V} \qquad (2)$$

где V_1 – объем раствора азотнокислого серебра, израсходованного на титрование, см^3;

0,00594 – массовая концентрация 0,05 М раствора азотнокислого серебра, выраженная в г/см^3 хлористого никеля 6-водного;

K – поправка на отклонение молярной концентрации раствора азотнокислого серебра от 0,05 моль/дм^3;

V – объем электролита, взятый для анализа, см^3.

2.2.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.2.

Таблица 2

Массовая концентрация хлористого никеля, г/дм^3	Допускаемое расхождение, г/дм^3
От 30 до 40 включ.	1

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2.3. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислого никеля комплексонометрическим методом

2.3.1. Метод основан на прямом титровании никеля раствором трилона Б в слабощелочной среде (pH 9,5) в присутствии индикатора сульфарсазена.

Погрешность измерения в диапазоне 140–200 г/дм^3 составляет ±5 г/дм^3.

2.3.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Колбы мерные вместимостью 250 см^3 и 1 дм^3.

Колбы плоскодонные вместимостью 250 см^3.

Пипетка вместимостью 10 см^3 без делений.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Аммиак водный.

Аммоний хлористый.

Трилон Б, раствор молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3

Сульфарсазен, свежеприготовленный раствор концентрацией 1 г/дм^3.

2.3.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.3.3.1. Для приготовления буферного раствора (pH 9–10) в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют в воде 54 г хлористого аммония, приливают 350 см^3 аммиака, доводят водой до метки, перемешивают.

2.3.3.2. Раствор трилона Б готовят по разд.2 ОСТ 3-6443-88.

С.58

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

2.3.4. Требования к выполнению измерений.

2.3.4.1. В мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 $см^3$ полученного раствора в коническую колбу, приливают 50 $см^3$ воды, 10 $см^3$ буферного раствора, добавляют 6-8 капель раствора сульфарсазена и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розово-сиреневой в зеленую.

2.3.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.3.5.1. Массовую концентрацию сернокислого никеля 7-водного в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (3)

$$C = \left(\frac{V_1 \cdot 0,00293 \cdot 1000}{V} - C_1 \cdot 0,247 \right) \cdot 4,784 \qquad (3)$$

где V_1 – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,00293 – массовая концентрация 0,5М раствора трилона Б, выраженная в $г/см^3$ никеля;

V – объем электролита, взятый для анализа, $см^3$;

C_1 – массовая концентрация хлористого никеля 6-водного $г/дм^3$;

0,247 – коэффициент пересчета с хлористого никеля 6-водного на никель;

4,784 – коэффициент пересчета с никеля на сернокислый никель 7-водный.

2.3.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.3.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

Таблица 3

Массовая концентрация никеля, г/дм^3	Допускаемое расхождение, г/дм^3
От 140 до 200 включ.	10

2.4. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислого никеля фотометрическим методом

2.4.1. Метод основан на измерении оптической плотности раствора электролита, обусловленной собственным поглощением ионов никеля в сернокислой среде при длине волны 395 нм. Присутствие борной кислоты и сульфата натрия не влияет на оптическую плотность раствора электролита.

При расчете учитывают содержание хлористого никеля в электролите.

Погрешность измеиения в диапазоне 140-200 г/дм^3 составляет ±6 г/дм^3.

2.4.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см^3.

Воронки стеклянные конические.

Колбы конические вместимостью 150 см^3.

Фильтры бумажные "белая лента".

Кислота серная и разбавленная 1:4.

Никель сернокислый 7-водный.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2.4.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.4.3.I. Для приготовления стандартного раствора никеля концентрацией 20 г/дм^3 навеску сернокислого никеля массой 9,5г растворяют в воде, содержащей 2 см^3 серной кислоты, в мерной колбе вместимостью I00 см^3, доводят водой до метки, перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора сернокислого никеля, выраженную в г/дм^3 никеля, устанавливают по п.2.2 настоящего стандарта.

2.4.3.2. Построение градуировочного графика.

2.4.3.2.I. В мерные колбы вместимостью 50 см^3 отбирают 5,0; 7,0; I0,0; I5,0; 20,0 см^3 стандартного раствора никеля, приливают по I0 см^3 раствора серной кислоты, доводят до метки водой, перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 395 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к воде. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам никеля строят градуировочный график.

2.4.4. Требования к выполнению измерений.

2.4.4.I. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 отбирают пипеткой 5 см^3 электролита, добавляют I0 см^3 раствора серной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают. Часть раствора фильтруют через бумажный фильтр и измеряют оптическую плотность фильтрата при длине волны 395 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к воде.

2.4.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.4.5.I. Массовую концентрацию сернокислого никеля в г/дм^3 вычисляют по формуле (4)

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

$$C = \left(\frac{m \cdot 1000}{V} - C_1 \cdot 0247 \right) \cdot 4,784 , \qquad (4)$$

где m – масса никеля, найденная по градуировочному графику, г;

V – объем электролита, взятый для анализа, $см^3$;

C_1 – массовая концентрация хлористого никеля 6-водного, $г/дм^3$;

0,247 – коэффициент пересчета с хлористого никеля 6-водного на никель;

4,784 – коэффициент пересчета с никеля на сернокислый никель 7-водный.

2.4.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.4.

Таблица 4

Массовая концентрация сернокислого никеля, $г/дм^3$	Допускаемое расхождение, $г/дм^3$
От 140 до 200 включ.	10

2.5. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислого натрия гравиметрическим методом

2.5.1. Метод основан на осаждении сульфат-ионов хлористым барием в виде сульфата бария, прокаливании и взвешивании осадка. Содержание сернокислого натрия находят по разности между общим содержанием сульфат-ионов в электролите и связанным с никелем. Погрешность измерения в диапазоне 60-80 $г/дм^3$ составляет ± 2 $г/дм^3$.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2.5.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Пипетка вместимостью 10 $см^3$ без делений.

Тигли фарфоровые.

Электропечь сопротивления лабораторная.

Эксикатор.

Мензурка мерная вместимостью 50 $см^3$.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 300 $см^3$.

Воронки стеклянные конические.

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$.

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента".

Барий хлористый, раствор концентрацией 100 $г/дм^3$.

Кислота соляная.

Серебро азотнокислое, раствор концентрацией 1 $г/дм^3$.

Аммоний азотнокислый, раствор концентрацией 10 $г/дм^3$.

2.5.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.5.3.1. Предварительно перед выполнением измерений необходимо довести фарфоровые тигли до постоянной массы. Для этого фарфоровые тигли прокаливают в муфельной печи при 800-900 ^{o}C в течение 30-40 мин. Тигли охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают на аналитических весах. Затем снова прокаливают в течение 20 мин , охлаждают, взвешивают. Операцию прокаливания повторяют до тех пор, пока масса тигля не будет отличаться от массы предыдущего прокаливания на $\pm 0{,}0002$ г.

С.63.

Зак. 243. 21.01.87. Тир. 2000.

2.5.4. Требования к выполнению измерений.

2.5.4.I. В мерную колбу вместимостью I00 $см^3$ отбирают пипеткой I0 $см^3$ электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой I0 $см^3$ полученного раствора в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 50 $см^3$ воды, 5 $см^3$ соляной кислоты. Раствор нагревают до 80 °С, приливают 20 $см^3$ раствора хлористого бария и отстаивают в теплом месте в течение 4–5 ч. Раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр, промывают сначала 2 раза раствором азотнокислого аммония, а затем теплой водой до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром.

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, прокаленный предварительно до постоянной массы, сушат, прокаливают до постоянной массы в муфельной печи при 800–900 °С и взвешивают.

2.5.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.5.5.I. Массовую концентрацию сернокислого натрия I0-водного в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (5)

$$C = \frac{m \cdot 1{,}379 \cdot 1000}{V} - C_1 \cdot 1{,}147 \quad . \qquad (5)$$

где m – масса осадка сернокислого бария, г;

I,379 – коэффициент пересчета с сернокислого бария на сернокислый натрий I0-водный;

V – объем электролита, взятый на анализ, $см^3$;

C_1 – содержание сернокислого никеля 7-водного, $г/дм^3$;

I,I47 – коэффициент пересчета с сернокислого никеля 7-водного на сернокислый натрий I0-водный.

2.5.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.5.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

Таблица 5

Массовая концентрация сернокислого натрия, г/дм^3	Допускаемое расхождение, г/дм^3
От 60 до 80 включ.	4

2.6. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислого натрия объемно-хроматографическим методом

2.6.1. Метод основан на титровании сульфат-иона в среде, содержащей этиловый спирт или ацетон, в присутствии индикатора ализаринового красного.

Содержание сернокислого натрия находят по разности между общим содержанием сульфат-ионов в электролите и связанным с никелем.

Погрешность измерения в диапазоне 60-80 г/дм^3 составляет ± 2 г/дм^3.

2.6.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Колонка хроматографическая.

Катионит КУ-2-8 в H^+ форме.

Пипетка вместимостью 10 см^3 без делений.

Колбы мерные вместимостью 100 см^3 и 1 дм^3.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Спирт этиловый ректификованный или ацетон.

Ализариновый красный С, раствор концентрацией 2 г/дм^3.

Кислота соляная, растворы концентрацией 0,1 и 3 моль/дм^3.

Кислота серная, раствор молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 готовят из стандарт-титра.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

Барий хлористый, раствор концентрацией 0,05 моль/дм^3.

Магний уксуснокислый 4-водный, раствор концентрацией 0,25 моль/дм^3.

2.6.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.6.3.1. Для приготовления 0,05 М раствора хлористого бария навеску хлористого бария двухводного массой 12,22 г растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Для установления молярной концентрации раствора хлористого бария в коническую колбу отбирают пипеткой 10 см^3 раствора серной кислоты, приливают 40–45 см^3 воды и раствор уксуснокислого магния до pH 3–3,5. К полученному раствору прибавляют 2–3 капли раствора ализаринового красного, 40 см^3 этилового спирта (или ацетона) и титруют раствором хлористого бария до перехода окраски раствора из желтой в розовую.

Молярную концентрацию раствора хлористого бария вычисляют по формуле (6)

$$C = \frac{V_1 \cdot 0,05}{V}, \qquad (6)$$

где V_1 – объем раствора серной кислоты, взятый на титрование, см^3;

0,05 – молярная концентрация раствора серной кислоты, моль/дм^3;

V – объем раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, см^3.

2.6.3.2. Для подготовки хроматографической колонки к работе навеску катионита массой 5 г заливают водой в стеклянном стакане и выдерживают для набухания в течение 1 ч. Затем переносят в колонку так, чтобы высота столбика смолы составляла 8–10 см^3. Через

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

колонку пропускают 30–40 $см^3$ 3 М раствора соляной кислоты со скоростью 2–3 $см^3$/мин, а затем небольшими порциями воды промывают смолу до нейтральной реакции промывных вод. Промывную жидкость в колонке спускают до верхнего уровня смолы и с помощью крана перекрывают ее ток. Смолу следует использовать 3–4 раза, после чего проводят регенерацию, т.е. переводят снова в H^+-форму, как указано выше.

2.6.4. Требования к выполнению измерений.

2.6.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ электролита, доливают водой до метки и перемешивают. Переносят пипеткой 10 $см^3$ полученного раствора в ионообменную колонку и пропускают раствор через нее со скоростью 2 $см^3$/мин. После того как уровень жидкости опустится почти до верхней границы смолы, вымывают сульфат-ионы из колонки 40–50 $см^3$ воды, пропуская небольшими порциями.

Элюат и промывные воды собирают в коническую колбу, прибавляют раствор уксуснокислого магния до pH 3–3,5, 2–3 капли раствора ализаринового красного, 40 $см^3$ этилового спирта (или ацетона) и титруют раствором хлористого бария до перехода окраски раствора из желтой в розовую.

2.6.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.6.5.1. Массовую концентрацию сернокислого натрия 10-водного в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (7)

$$C = \frac{V_1 \cdot 0,0161 \cdot K \cdot 1000}{V} - C_1 \cdot 1,147 \qquad (7)$$

где V_1 – объем раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, $см^3$;

Зак. 213. 21.04.87. Тир. 2000.

0,0161 – массовая концентрация 0,05М раствора хлористого бария, выраженная в г/см^3 сернокислого натрия 10-водного;

K – поправка на отклонение молярной концентрации раствора хлористого бария от 0,05 моль/дм^3;

V – объем электролита, взятый для анализа, см^3;

C_1 – массовая концентрация сернокислого никеля 7-водного, г/дм^3;

1,147 – коэффициент пересчета с сернокислого никеля 7-водного на сернокислый натрий 10-водный.

2.6.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.5.

2.7. Методика выполнения измерений массовой концентрации борной кислоты потенциометрическим методом

2.7.1. Метод основан на титровании комплекса борной кислоты с глицерином раствором гидроокиси натрия.

$$H_3BO_3 + C_3H_5(OH)_3 = C_3H_5(OH)_2BO_2 + 2H_2O$$

$$C_3H_5(OH)_2BO_2 + NaOH = NaBO_2 + C_3H_5(OH)_3$$

Перед титрованием устанавливают pH раствора 6,9, регистрируя значение pH с помощью pH-метра, затем добавляют глицерин и титруют раствором гидроокиси натрия до первоначального значения pH 6,9.

Погрешность измерения в диапазоне 25,0–40,0 г/дм^3 составляет ±0,3 г/дм^3.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000

2.7.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Лабораторный pH-метр-милливольтметр.

Мешалка.

Колбы мерные вместимостью I00 $см^3$ и I $дм^3$.

Стаканы химические стеклянные вместимостью I50 $см^3$.

Пипетка вместимостью 5 и I0 $см^3$ без делений.

Бюретка вместимостью 25 $см^3$.

Натрия гидроокись, растворы концентрацией 0,I моль/$дм^3$ и 0,02 моль/$дм^3$.

Кислота соляная, разбавленная I:I0.

Кислота борная, раствор концентрацией I г/$дм^3$.

Глицерин, водный раствор, разбавленный 2:I.

2.7.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.7.3.I. Раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,I моль/$дм^3$ (А) готовят по разд.3 ОСТ 3-6443-88.

2.7.3.2. Раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,02 моль/$дм^3$ готовят разбавлением в 5 раз раствора (А) прокипяченой в течение I ч и охлажденной водой.

2.7.3.3. Для приготовления стандартного раствора борной кислоты концентрацией I г/$дм^3$ навеску борной кислоты массой I,0000 г растворяют водой в мерной колбе вместимостью I $дм^3$, доливают водой до метки, перемешивают.

2.7.3.4. Для установления массовой концентрации раствора гидроокиси натрия, выраженной в г/$см^3$ борной кислоты, отбирают пипеткой I0 $см^3$ стандартного раствора борной кислоты в химический

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

стакан, приливают 50 $см^3$ воды. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, опускают электроды, присоединенные к потенциометру, и добавляют раствор гидроокиси натрия до установления pH раствора 6,9. Затем к раствору приливают 30 $см^3$ раствора глицерина и прибавляют раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,02 моль/$дм^3$ до установления исходного значения pH 6,9.

Параллельно проводят контрольный опыт:

титруют этим же раствором гидроокиси натрия 30 $см^3$ раствора глицерина до pH 6,9.

Массовую концентрацию гидроокиси натрия, выраженную в г/$см^3$ борной кислоты, вычисляют по формуле (8)

$$C_1 = \frac{0,0010 \cdot V}{V_1 - V_2} \qquad (8)$$

где 0,0010 – концентрация борной кислоты в стандартном растворе г/$см^3$;

V – объем раствора борной кислоты, взятый для титрования, $см^3$;

V_1 – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора борной кислоты, $см^3$;

V_2 – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора глицерина в контрольном опыте, $см^3$.

2.7.4. Требования к выполнению измерений.

2.7.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ электролита, доводят до метки водой, перемешивают. Отбирают пипеткой 5 $см^3$ полученного раствора в стакан, приливают 20–30 $см^3$ воды, и далее в соответствии с п.2.5.3.4 настоящего стандарта.

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

2.7.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.7.5.1. Массовую концентрацию борной кислоты в г/дм^3 вычисляют по формуле (9)

$$C = \frac{C_1 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 1000}{V}, \qquad (9)$$

где C_1 – массовая концентрация гидроокиси натрия, выраженная в г/см^3 борной кислоты;

V_1 – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора после добавления раствора глицерина, см^3;

V_2 – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора глицерина в контрольном опыте, см^3;

V – объем электролита, взятый на анализ, см^3.

2.7.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.6.

Таблица 6

Массовая концентрация борной кислоты, г/дм^3	Допускаемое расхождение, г/дм^3
От 25,0 до 40,0 включ.	0,7

2.8. Методика выполнения измерений массовой концентрации борной кислоты ацидиметрическим методом в присутствии индикатора фенолового красного

2.8.1. Метод основан на титровании комплекса борной кислоты с глицерином раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолового красного.

Зак. 243. 21.04.87. Тир. 2000.

Никель связывают в комплекс раствором железисто-синеродистого калия.

Погрешность измерения в диапазоне 25,0–40,0 г/дм^3 составляет ±0,3 г/дм^3.

2.8.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Пипетки вместимостью I и I0 см^3 без делений.

Колба мерная вместимостью I00 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Натрия гидроокись, раствор концентрацией 0,I моль/дм^3.

Калий железистосинеродистый, насыщенный раствор.

Феноловый красный, водный раствор концентрацией I г/дм^3.

Глицерин, водный раствор, разбавленный 2:I и нейтрализованный.

Кислота борная, раствор концентрацией I г/дм^3.

Фенолфталеин, спиртовый раствор концентрацией I г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический.

2.8.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.8.3.I. Раствор гидроокиси натрия готовят по разд.3 ОСТ-3-6443-88.

2.8.3.2. Стандартный раствор борной кислоты готовят по п. 2.5.3.3. настоящего стандарта.

2.8.3.3. Для приготовления водного раствора глицерина к 200 см^3 глицерина добавляют I00 см^3 воды, 5–8 капель раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до появления бледно-розовой окраски раствора.

Зак. 213. 24.04.87. Тир. 2000.

2.8.3.4. Для установления массовой концентрации раствора гидроокиси натрия, выраженной в г/см^3 борной кислоты, отбирают пипеткой 10 см^3 раствора борной кислоты в коническую колбу, приливают 50–60 см^3 воды, 5–6 см^3 раствора глицерина, 5–6 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления бледно-розовой окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия, выраженную в г/см^3 борной кислоты, вычисляют по формуле (10)

$$C_1 = \frac{0{,}0010 \cdot V_1}{V_2}, \qquad (10)$$

где 0,0010 – концентрация борной кислоты в стандартном растворе, г/дм^3;

V_1 – объем раствора борной кислоты, взятый на титрование, см^3;

V_2 – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3.

2.8.4. Требования к выполнению измерений.

2.8.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой 10 см^3 электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см^3 полученного раствора в коническую колбу, приливают 20 см^3 воды, 5 см^3 раствора железистосинеродистого калия и 10 капель раствора фенолового красного. Содержимое колбы взбалтывают и медленно титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски осадка из светло-зеленого в фиолетово-голубой цвет. Фиксируют объем гидроокиси натрия (V_1).

Затем прибавляют 5–6 см^3 раствора глицерина и снова титруют раствором гидроокиси натрия до установления устойчивой окраски осадка фиолетово-голубого цвета.

С.73

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

К оттитрованной пробе прибавляют еще 5 $см^3$ глицерина, если при этом окраска не изменится, то титрование считается законченным, в противном случае титрование продолжают до тех пор, пока от прибавления следующей порции глицерина окраска не перестанет изменяться (V_2).

2.8.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.8.5.1. Массовую концентрацию борной кислоты в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (II).

$$C = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C_1 \cdot 1000}{V}, \qquad (II)$$

где V_1 – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование пробы до прибавления раствора глицерина, $см^3$;

V_2 – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование пробы после прибавления раствора глицерина, $см^3$;

C_1 – массовая концентрация раствора гидроокиси натрия, выраженная в $г/см^3$ борной кислоты;

V – объем электролита, взятый на анализ, $см^3$.

2.8.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.6 настоящего стандарта.

С.74

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

2.9. Методика выполнения измерений массовой концентрации борной кислоты ацидиметрическим методом в присутствии смешанного индикатора

2.9.I. Метод основан на титровании комплекса борной кислоты с глицерином раствором гидроокиси натрия в присутствии смешанного индикатора. Никель связывают в комплекс щавелевокислым калием.

Погрешность измерения в диапазоне 25,0–40,0 г/дм^3 составляет ±0,3 г/дм^3.

2.9.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам. Средства измерений, реактивы, растворы по п.2.6.2 настоящего стандарта.

Калий щавелевокислый, раствор концентрацией I00 г/дм^3, нейтрализованный по фенолфталеину.

Метиловый красный, спиртовый раствор концентрацией 2 г/дм^3.

Метиленовый синий, спиртовый раствор концентрацией I г/дм^3.

2.9.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.9.3.I. Подготовку к выполнению измерений проводят по п.2.6.3 настоящего стандарта.

2.9.3.2. Для приготовления смешанного индикатора готовят спиртовые растворы метилового красного концентрацией 2 г/дм^3 и метиленового синего концентрацией I г/дм^3 и смешивают в соотношении I:I.

2.9.4. Требования к выполнению измерений.

2.9.4.I. В мерную колбу вместимостью I00 см^3 отбирают пипеткой I0 см^3 электролита, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 20 см^3 полученного раствора в коническую колбу и добавляют 2–3 капли смешенного индикатора. При окрашивании электролита в

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

грязно-фиолетовый цвет добавляют по каплям раствор гидроокиси натрия до перехода окраски в зеленую. Если при добавлении смешанного индикатора окраска электролита не изменяется, то приливают по каплям раствор соляной кислоты до грязно-зеленой окраски, а затем оттитровывают раствором гидроокиси натрия до ярко-зеленого цвета. Затем добавляют 20 $см^3$ раствора щавелевокислого калия, 10 капель раствора фенолфталеина, 20 $см^3$ глицерина и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода зеленой окраски в грязнофиолетовую. К оттитрованной пробе прибавляют еще 5 $см^3$ раствора глицерина, если при этом окраска не изменяется, титрование считается законченным, в противном случае титрование продолжают до тех пор, пока от прибавления следующей порции глицерина окраска не перестанет изменяться.

2.9.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.9.5.1. Массовую концентрацию борной кислоты в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (9) настоящего стандарта.

2.9.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.6 настоящего стандарта.

2.10. Методика выполнения измерений массовой концентрации цинка атомно-абсорбционным методом

2.10.1. Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения атомами цинка, образующимися при распылении анализируемого раствора в пламени воздух-ацетилен, при длине волны 213,9 нм.

Зак. 213. 21.01.87. Тир. 2000.

2.10.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом типа ЛП-2.

Ацетилен газообразный технический.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, или балон со сжатым воздухом.

Колбы мерные вместимостью 100 $см^3$, 1 $дм^3$.

Пипетка вместимостью 5 $см^3$ с делениями.

Пипетка вместимостью 10 $см^3$ без делений.

Цинк металлический.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Никель сернокислый, раствор массовой концентрацией 200 $г/дм^3$.

2.10.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.10.3.1. Для приготовления стандартного раствора цинка концентрацией 0,1 $г/дм^3$ навеску цинка массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 20 $см^3$ соляной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

2.10.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 $см^3$ стандартного раствора цинка, приливают по 10 $см^3$ раствора сернокислого никеля, доливают водой до метки, перемешивают. Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух при одновременном просвечивании его светом резонансных частот от лампы с полым катодом при длине волны 213,9 нм. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам цинка строят градуировочный график.

С.77

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

2.10.4. Требования к выполнению измерений.

2.10.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ электролита, доливают водой до метки, перемешивают и далее в соответствии с п.2.9.3.2 настоящего стандарта.

Массу цинка в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

2.10.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.10.5.1. Массовую концентрацию цинка в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (12)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V} \qquad (12)$$

где m – масса цинка, найденная по градуировочному графику, г;

V – объем электролита, взятый на анализ, $см^3$.

2.11. Методика выполнения измерений массовой концентрации меди атомно-абсорбционным методом

2.11.1. Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения атомами меди в пламени воздух–ацетилен при длине волны 324,8 нм.

2.11.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Средства измерений, реактивы, растворы устанавливает п.2.10.2 настоящего стандарта.

Пипетка вместимостью 10 $см^3$ с делениями.

Медь металлическая.

Кислота азотная, разбавленная 1:1.

2.II.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.II.3.I.Для приготовления стандартного раствора меди массовой концентрацией 0,I г/дм^3 навеску меди массой 0,I000 г растворяют при нагревании в I0 см^3 раствора азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью I дм^3 доливают водой до метки и перемешивают.

2.II.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью I00 см^3 приливают I,0, 2,5, 5,0 и I0,0 см^3 стандартного раствора меди, приливают I0 см^3 раствора сернокислого никеля, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют величину степени поглощения излучения при введении раствора в пламя воздух–ацетилен при длине волны 324,8 нм. По найденным значением оптической плотности и соответствующим им массам меди строят градуировочный график.

2.II.4. Требования к выполнению измерений.

2.II.4.I. В мерную колбу вместимостью I00 см^3 отбирают пипеткой I0 см^3 электролита, доливают водой до метки, перемешивают и далее в соответствии с п.2.II.3.2 настоящего стандарта.

Массу меди в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

2.II.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.II.5.I. Массовую концентрацию меди в г/дм^3 вычисляют по формуле (I2) настоящего стандарта.

2.II.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 5%.

С.79

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

2.12. Методика выполнения измерений концентрации железа

2.12.1. Массовую концентрацию железа определяют по разд.3 ОСТ 3-6445-88, , добавляя к стандартным растворам при построении градуировочного графика вместо хромового ангидрида по 10 см^3 раствора сернокислого никеля концентрацией 200 г/дм^3.

3. ЭЛЕКТРОЛИТ БЛЕСТЯЩЕГО НИКЕЛИРОВАНИЯ

3.1. Состав электролита блестящего никелирования приведен в табл.7.

Таблица 7

Наименование компонента	Массовая концентрация, г/дм^3
Никель сернокислый 7-водный	250-300
Никель хлористый 6-водный	50-60
Кислота борная	25-40
1,4-бутиндиол	0,15-3,0
Сахарин	1-2
pH	4-4,8

В процессе работы определяют массовые концентрации составляющих электролит компонентов.

С.80

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

3.2. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислого никеля комплексонометрическим методом

3.2.1. Массовую концентрацию сернокислого никеля определяют по п.2.3 настоящего стандарта.

3.3. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислого никеля фотометрическим методом

3.3.1. Массовую концентрацию сернокислого никеля определяют по п.2.4 настоящего стандарта.

3.4. Методика выполнения измерений массовой концентрации хлористого никеля аргентометрическим методом

3.4.1. Массовую концентрацию хлористого никеля определяют по п.2.2. настоящего стандарта.

3.5. Методика выполнения измерений массовой концентрации борной кислоты потенциометрическим методом

3.5.1. Массовую концентрацию борной кислоты определяют по п.2.6. настоящего стандарта.

С.81

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

3.6. Методики выполнений измерений массовой концентрации борной кислоты ацидиметрическим методом в присутствии индикатора фенолового красного и смешанного индикатора

3.6.I. Массовую концентрацию борной кислоты определяют по п.2.7 и п.2.8 настоящего стандарта.

3.7. Методика выполнения измерений массовой концентрации сахарина фотометрическим методом

3.7.I. Метод основан на измерении оптической плотности раствора электролита, обусловленной собственным поглощением сахарина при длине волны 270 нм.

В фотометрируемом объеме должно находиться не более 0,06 г/дм^3 I,4 бутиндиола.

Погрешность измерения в диапазоне I,00-2,00г/дм^3 составляет $\pm$ 0,05 г/дм^3.

3.7.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Спектрофотометр.

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего свет слоя I0 мм.

Колбы мерные вместимостью I00 см^3 и I дм^3.

Пипетки вместимостью I0 и 20 см^3 без делений.

Пипетка вместимостью 5 см^3 с делениями.

Сахарин, раствор концентрацией I г/дм^3.

С.82

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

3.7.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

3.7.3.1. Для приготовления стандартного раствора сахарина концентрацией 1 г/дм^3 навеску сахарина массой 1,0000 растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят водой до метки, перемешивают.

3.7.3.2. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора сахарина, доводят до метки водой, перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 270 нм в кварцевой кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам сахарина строят градуировочный график.

3.7.4. Требования к выполнению измерений.

3.7.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой 10 см^3 электролита, доводят водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 20 см^3 полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки, перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 270 нм в кварцевой кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

3.7.5. Требования к вычислению результатов измерений.

3.7.5.1. Массовую концентрацию сахарина в г/дм^3 вычисляют по формуле (13)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V} \qquad (13)$$

где m – масса сахарина, найденная по градуировочному графику, г;

V – объем электролита, взятый для анализа, см^3.

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000

3.7.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.8.

Таблица 8

Массовая концентрация сахарина, г/дм^3	Допускаемое расхождение, г/дм^3
От 1,00 до 2,00 включ.	0,08

3.8. Методика выполнения измерений массовой концентрации 2-бутиндиола-1,4 иодометрическим методом

3.8.1. Метод основан на бромировании 2-бутиндиола-1,4 свободным бромом, который образуется в кислой среде в смеси $KBrO_3$ с KBr

$$KBrO_3 + 5KBr + 6HCl = 3Br_2 + 6KCl + 3H_2O$$

$$C_4H_6O_2 + 2Br_2 = C_4H_6O_2Br_4$$

Непрореагированный бром определяют иодометрически, добавляя раствор иодистого калия, при этом избыток бромноватокислого калия окисляет KJ до J_2

$$KBrO_3 + 6KJ + 6HCl = 3J_2 + 6KCl + KBr + 3H_2O$$

Выделившийся иод, эквивалентный количеству избыточного брома, титруют раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала.

3.8.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Ступка фарфоровая.

Колба коническая вместимостью 250 см^3 со шлифом.

Пипетка вместимостью 10 см^3 без делений.

С.84

Зак. 213. 21.01.87. Тир. 2000.

Бюретка вместимостью 25 $см^3$

Калий бромистый.

Калий бромноватокислый.

Калий иодистый, раствор концентрацией 100 $г/дм^3$.

Натрий серноватистокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/$дм^3$, готовят из стандарт- титра.

Кислота соляная.

Крахмал растворимый, раствор концентрацией 10 $г/дм^3$.

3.8.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

3.8.3.1. Для приготовления раствора крахмала навеску растворимого крахмала массой 1,0 г тщательно растирают в фарфоровой ступке с 10 $см^3$ горячей воды. Растертую кашицу вливают при перемешивании в 90 $см^3$ кипящей воды, прибавляют 2 капли соляной кислоты и кипятят в течение 3-5 мин. Раствор отстаивают в течение суток, фильтруют. Раствор сохраняется в течение 10-12 дней.

3.8.3.2. Для приготовления раствора бромид-бромата калия навеску бромноватокислого калия массой 2,78 г растворяют в 50 $см^3$ воды и добавляют 10 г бромистого калия.

3.8.4. Требования к выполнению измерений.

3.8.4.1. В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают пипеткой 10 $см^3$ электролита, доливают 90 $см^3$ воды и по 10 $см^3$ раствора бромид-бромата и соляной кислоты. Колбу закрывают пришлифованной пробкой и оставляют на 5-10 мин в темном месте. Затем добавляют 10 $см^3$ раствора иодистого калия, закрывают колбу и через 1-2 мин титруют выделившийся иод раствором серноватистокислого натрия до почти полного исчезновения коричневой окраски раствора. Прибавляют 10-15 капель крахмала и продолжают титровать до появления

Зак. 243. 24.01.87. Тир. 2000.

зеленой окраски раствора. Параллельно проводят холостой опыт, для чего через все стадии анализа проводят 25 $см^3$ воды.

3.8.5. Требования к вычислению результатов измерений.

3.8.5.I. Массовую концентрацию 2-бутиндиола-I,4 в $г/дм^3$ вычисляют по формуле (I4)

$$C = \frac{86,09 \cdot 0,1(V_0 - V_1)}{3,2V}, \qquad (I4)$$

где 86,08 – молярная масса молекулы 2-бутиндиола-I,4;

0,I – молярная концентрация эквивалента раствора серноватистокислого натрия, $моль/дм^3$;

V_0 – объем раствора, серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование холостой пробы, $см^3$;

V_1 – объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титровании пробы, $см^3$;

3,2 – коэффициент реакции;

V – объем электролита, взятый для анализа, $см^3$.

3.8.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 5%.

Зак. 243. 24.04.87. Тир. 2000.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН 05.12.88 И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Министерством

2. СОГЛАСОВАН ЦГОС 18.11.88 (ПРИКАЗ ЦГОС от 14.02.89 № 39сп)
ЦК Профсоюза 27.10.88

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН

за № от 1989 г.

4. Срок первой проверки

периодичность проверки

5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

gost.e-ecolog.ru