

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУММЫ НИКЕЛЯ И КОБАЛЬТА

ГОСТ 6689.3—92

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 5—92/628

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Метод определения суммы никеля и кобальта

ГОСТ 6689.3—92

Nickel, nickel and copper-nickel alloys.
Method for the determination of nickel and cobalt sum

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает электрогравиметрический метод определения суммы никеля и кобальта (при массовой доле свыше 0,5%) в никелевых и медно-никелевых сплавах, кроме сплава хромель по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

Метод основан на электролитическом осаждении никеля и кобальта из аммиачной среды в присутствии сернокислого аммония.

Допускается определение суммарной массовой доли никеля и кобальта сложением результатов раздельного определения никеля по ГОСТ 6689.2 и кобальта по ГОСТ 6689.9.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Электролизная установка постоянного тока.

Платиновые электроды по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 2 моль/дм^3.

Смесь кислоты свежеприготовленной: готовят смешением трех частей концентрированной соляной кислоты с одной частью концентрированной азотной кислоты.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 1 и 1 : 50.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 200 г/дм³.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор 10 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 50, 100 г/дм³ и 2 моль/дм³.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 10 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 5 г/дм³.

Анионит АВ-17, АН-31 или ЭДЭ-10П.

2.1. Подготовка хроматографических колонок

50 г анионита помещают в стакан вместимостью 500 см³, заливают 400 см³ насыщенного раствора хлористого натрия и выдерживают в течение 24 ч при комнатной температуре. Раствор сливают и промывают анионит декантацией 2 моль/дм³ раствором соляной кислоты до удаления ионов железа (реакция с роданидом калия).

Анионит последовательно промывают раствором гидроокиси натрия 50 г/дм³, затем раствором 100 г/дм³ до полного удаления хлорид-ионов (реакция с азотнокислым серебром). Анионит промывают водой до слабощелочной реакции, затем обрабатывают тремя порциями 2 моль/дм³ соляной кислоты.

В нижнюю часть ионообменных колонок помещают стеклянную вату слоем 3—5 мм и заполняют колонки анионитом на высоту 30—32 см и заливают 2 моль/дм³ соляной кислотой, при этом тщательно следят, чтобы пузырьки воздуха не задерживались между зернами анионита. Перед пропусканием раствора через анионит слой соляной кислоты над анионитом должен быть 1—2 см.

По окончании хроматографического разделения анионит регенерируют, пропуская через колонку воду до слабощелочной реакции промывных вод, затем 100 см³ 2 моль/дм³ соляной кислоты.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для сплавов, содержащих менее 0,05% меди

3.1.1. *Для сплавов, содержащих менее 0,1% кремния*

Навеску сплава 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения сплава часовое стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до обильного выделения дыма серной кислоты.

Остаток охлаждают и растворяют в 100 см³ воды при нагревании.

Для сплавов, содержащих марганец свыше 1%, в раствор добавляют 20 см³ раствора надсернокислого аммония. Раствор нагревают до кипения и слабо кипятят в течение 15—20 мин до полного разрушения избытка надсернокислого аммония (до прекращения выделения пузырьков кислорода).

В охлажденный раствор прибавляют аммиак до полного перехода никеля в растворимый аммиачный комплекс. В случае выделения осадка гидроокиси алюминия, железа и марганца раствор с осадком нагревают до 60—70°С и выдерживают при этой температуре около 30 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают стакан и фильтр с осадком 3—4 раза горячим аммиаком (1 : 50). Фильтрат сохраняют. Осадок растворяют в 10 см³ горячей серной кислоты (1 : 4). Фильтр тщательно промывают горячей водой, собирая раствор и промывную воду в стакан, в котором проводилось осаждение, и вновь осаждают гидроокиси алюминия, железа и марганца аммиаком. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и тщательно промывают горячим раствором аммиака (1 : 50) до отрицательной реакции на никель (реакция с диметилглиоксимом, см. ниже). Оба фильтрата объединяют и упаривают до объема 120 см³.

Аммиачный раствор или фильтрат нагревают до 60—70°С, прибавляют 25 см³ аммиака (1 : 1) и 3 г сернокислого аммония.

Погружают электроды в раствор и проводят электролиз при токе 2—3 А и перемешивании. Стакан с электролитом накрывают двумя половинками часового стекла, стеклянной или пластиковой пластинкой с прорезями для электродов и мешалки. Во время электролиза рекомендуется добавить в электролит небольшими порциями 0,5—1,5 см³ раствора сернокислого гидразина.

После обесцвечивания раствора электролиз продолжают 10 мин и затем контролируют полноту выделения никеля. Для этого в фарфоровую чашку отбирают несколько капель электролита, прибавляют несколько капель раствора диметилглиоксима и нагревают до удаления избытка аммиака. Если при этом не образуется красный осадок или раствор не окрашивается в розовый цвет, то электролиз считается законченным. Не выключая тока, электроды ополаскивают водой и промывают катод последовательно в трех стаканах с водой, а затем, выключив ток, промывают катод в стакане с 200 см³ этилового спирта. Одна порция спирта может быть использована для промывки не более 20 электродов. Катод высушивают при 105°С до постоянной массы и взвешивают.

3.1.2. *Для сплавов, содержащих более 0,1% кремния*

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см³ концентрированной азотной кислоты, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты, накрывают крышкой из платины или фторопласта и растворяют при нагревании. После растворения

сплава крышку и стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до обильного выделения белого дыма серной кислоты. Охлажденный остаток растворяют в 100 см³ воды при нагревании, переносят в стакан вместимостью 300 см³ и далее поступают, как указано в п. 3.1.1.

3.2. Для сплавов, содержащих более 0,05% меди

3.2.1. *Для сплавов, содержащих менее 0,1% кремния*

Навеску сплава массой 2 г при массовой доле суммы никеля и кобальта менее 10% и 1 г при массовой доле более 10% помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 30 или 15 см³ азотной кислоты (1 : 1), накрывают стакан часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. После растворения пробы ополаскивают часовое стекло или пластинку и стенки стакана водой и кипятят раствор до удаления оксидов азота. Раствор разбавляют водой до 150 см³, добавляют 7 см³ серной кислоты (1 : 4) и выделяют медь электролизом по ГОСТ 6689.1.

В электролит после отделения меди добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до обильного выделения белого дыма серной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.1.1.

3.2.2. *Для сплавов, содержащих более 0,1% кремния*

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см³ концентрированной азотной кислоты, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты, накрывают крышкой из платины или фторопласта и растворяют при нагревании. После растворения сплава крышку и стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до обильного выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют в воде при нагревании. Раствор переносят в стакан вместимостью 300 см³, разбавляют водой до 150 см³, прибавляют 15 см³ прокипяченной азотной кислоты (1 : 1) и выделяют медь электролизом по ГОСТ 6689.1.

Электролит после отделения меди упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.1.1.

3.3. Для сплава нейзильбер

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 20 см³ смеси кислот, накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании.

Раствор выпаривают досуха. К остатку добавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Эту операцию повторяют еще 3 раза до полного удаления азотной кислоты.

Охлажденный сухой остаток растворяют в 50 см³ соляной кислоты 2 моль/дм³ при нагревании.

Раствор охлаждают и пропускают через свежеприготовленную хроматографическую колонку со скоростью 5 см³/мин для выделения никеля и кобальта. Колонку и стакан промывают 2 моль/дм³ соляной кислоты до отрицательной реакции элюата на никель (проба с диметилглиоксимом). В элюат добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и раствор упаривают до обильного выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, растворяют в воде при нагревании, разбавляют водой до 150 см³, прибавляют 15 см³ прокипяченной азотной кислоты (1 : 1) и далее поступают, как указано в п. 3.2.2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю суммы никеля и кобальта (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(m-m_1)\cdot 100}{m_2},$$

где m — масса катода с выделившимся осадком никеля и кобальта;

m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса навески, г.

4.2 Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля никеля и кобальта, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0 5 до 1,0 включ	0,04	0,06
Св 1,0 до 3,0 »	0,05	0,07
» 3,0 » 5,0 »	0,06	0,08
» 5,0 » 7,0 »	0 07	0,1
» 7,0 » 9,0 »	0,08	0,1
» 9,0 » 11,0 »	0,10	0,1
» 11,0 » 18,0 »	0,13	0,2
» 18,0 » 35,0 »	0,2	0,3
» 35,0 » 55,0 »	0,3	0,4
» 55,0 » 75,0 »	0,4	0,5
» 75,0	0,5	0,7

4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Б. П. Краснов, Ю. М. Лейбов, А. Н. Боганова, Н. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.3—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	4.3
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 1277—77	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 3769—78	Разд. 2
ГОСТ 4139—75	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4233—77	Разд. 2
ГОСТ 4328—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5828—77	Разд. 2
ГОСТ 5841—74	Разд. 2
ГОСТ 6563—75	Разд. 2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1; 3.2.1; 3.2.2
ГОСТ 6689.2—92	Вводная часть, 4.3
ГОСТ 6689.9—92	Вводная часть, 4.3
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 20478—75	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1; 4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. А. Богачкова*

[illegible] 92 Подп. в печ. 19.08.92 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,43.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1312