Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения никеля

ГОСТ 1953.5—79

Tin bronze. Methods for the determination of nickel

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле никеля от 0,05 % до 2,5 %), гравиметрический (при массовой доле никеля от 0,9 % до 2,5 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле никеля от 0,05 % до 2,5 %) методы определения никеля в оловянных бронзах по ГОСТ 5017, ГОСТ 613 и ГОСТ 614.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1535—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

2а.1. Сущность метода

Метод основан на образовании никелем окрашенного соединения с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Установка электролизная.

Электроды платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 100 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 2 моль/дм^3 раствор.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 20 г/дм^3 в азотной кислоте, разбавленной 1:100.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, свежеприготовленный раствор 20 г/дм^3.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор 10 г/дм^3 в 2 моль/дм^3 растворе гидроокиси натрия.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Никель по ГОСТ 849, марки Н0.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,2 г никеля растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Удаляют окислы азота кипячением. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0002 г никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00002 г никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой и упаривают раствор до 5—10 см^3. К остатку добавляют 50 см^3 горячей воды, 20 см^3 горячего раствора азотнокислого аммония и выдерживают в теплом месте 1 ч. Осадок метаоловянной кислоты отфильтровывают на плотный фильтр с фильтробумажной массой и промывают фильтр с осадком горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100, до полного удаления никеля (проба с диметилглиоксимом).

Фильтрат, объем которого 150 см^3, подвергают электролизу для отделения свинца и меди при силе тока 1,5—2 А при перемешивании. Спустя 30 мин после начала электролиза, добавляют 7 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4.

После отделения меди и свинца электроды вынимают, промывают их 20—25 см^3 воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, стакан ополаскивают 3—4 раза водой (по 10—12 см^3), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (см. табл. 1) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют водой до 20 см^3 и прибавляют при перемешивании 5 см^3 раствора лимонной кислоты, 3 см^3 раствора надсернокислого аммония, 8 см^3 раствора гидроокиси натрия и 5 см^3 раствора диметилглиоксима, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Объем аликвотной части раствора, см^3	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,05 до 0,1	20,0	0,04
Св. 0,1 » 0,5	10,0	0,02
» 0,5 » 1,0	5,0	0,01
» 1,0 » 2,5	2,5	0,005

Через 20—30 мин измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см по отношению к раствору контрольного опыта на спектрофотометре при длине волны 450 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см^3 помещают последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 8,0 см^3 стандартного раствора Б никеля, разбавляют водой до 20 см^3 и далее поступают, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса никеля, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	d, %	D, %
От 0,05 до 0,10 включ.	0,010	0,01
Св. 0,10 » 0,25 »	0,012	0,02
» 0,25 » 0,5 »	0,02	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,06
» 1,0 » 2,5 »	0,05	0,07

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 табл. 2.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных гравиметрическим или атомно-абсорбционным методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

4.5. Фотометрический метод применяется в случае разногласий в оценке качества оловянных бронз.

4.3—4.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении никеля из аммиачного раствора диметилглиоксимом в присутствии лимонной и винной кислот в виде нерастворимого внутрикомплексного диметилглиоксимата никеля и взвешивании полученного осадка.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Тигли фильтрующие по ГОСТ 25336, типов ТФ 3—20, 3—22.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:99.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 250 г/дм^3.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 250 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 100 г/дм^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 200 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951.

Раствор для промывки осадка; готовят следующим образом: 10 г виннокислого аммония растворяют в воде, добавляют 1 см^3 аммиака и доливают водой до 1000 см^3.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 50 г/дм^3.

Спирт этиловый, ректификованный по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм^3.

Бромтимоловый синий, спиртовой раствор 10 г/дм^3.

5.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. Удаляют кипячением окислы азота, добавляют 50 см^3 горячей воды, 20 см^3 горячего раствора азотнокислого аммония и осторожно нагревают 10 мин. В случае необходимости фильтруют раствор через плотный фильтр, с фильтробумажной массой в стакан вместимостью 250 см^3. Осадок на фильтре промывают 7—8 раз горячим раствором азотной кислоты, разбавленной 1:99, и осадок отбрасывают. Фильтрат разбавляют водой до 150 см^3, выделяют медь и свинец электролизом по ГОСТ 1953.1. При появлении во время электролиза розовой окраски

(окисленная форма марганца) добавляют по каплям раствор мочевины или сернокислого гидразина до обесцвечивания раствора.

Электролит переносят в стакан вместимостью 500 см^3 и разбавляют водой до 200 см^3, добавляют 10 см^3 раствора винной или лимонной кислоты, 25 см^3 раствора хлористого аммония и нейтрализуют аммиаком до слабокислой реакции (pH4—5) по универсальной индикаторной бумаге или добавляют несколько капель бромтимолового синего и аммиак до щелочной реакции, а затем добавляют по каплям азотную кислоту, разбавленную 1:1, до изменения окраски раствора. Раствор нагревают до 70 °С, добавляют 30 см^3 спиртового раствора диметилглиоксима, 5 г уксуснокислого натрия, перемешивают, добавляют 2—3 см^3 раствора аммиака до слабощелочной реакции и выдерживают раствор при 50 °С 2 ч (можно оставить на ночь). Полученный осадок отфильтровывают на предварительно взвешенный сухой фильтрующий тигель при отсасывании раствора водоструйным насосом. Осадок на тигле промывают 3 раза горячим раствором для промывки и 6—8 раз горячей водой, тигель с осадком высушивают при 120 °С до постоянной массы.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 0{,}2032 \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса осадка диметилглиоксимата никеля, г;

0,2032 — коэффициент пересчета массы диметилглиоксимата никеля на массу никеля;

m_1 — масса навески, г.

5.1—5.4.1. **(Измененная редакция, Изм. 1).**

5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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, указанных в табл. 2.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.3, 5.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

6.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами никеля, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для никеля.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

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

Смесь кислот: смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 1 г никеля растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г никеля.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г никеля.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Навеску бронзы массой, указанной в табл. 3, растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот. Раствор переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 3) и доливают водой до метки. При содержании никеля свыше 0,1 % аликвотную часть раствора (табл. 3) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

Таблица 3

Массовая доля никеля, %	Масса навески, г	Объем раствора, $см^3$	Объем аликвотной части раствора, $см^3$	Объем 2 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты, $см^3$	Объем раствора после разбавления, $см^3$
От 0,05 до 0,1 включ.	1	100	—	—	—
Св. 0,1 » 0,5 »	1	100	10	10	100
» 0,5 » 2,5 »	0,5	250	10	10	100

Измеряют атомную абсорбцию никеля в пламени ацетилен-воздух при длине волны 232,0 нм параллельно с градуировочными растворами.

6.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; и 10,0 $см^3$ стандартного раствора никеля Б.

Во все колбы добавляют по 10 $см^3$ 2 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию никеля, как указано в п. 6.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация никеля, найденная по градуировочному графику, г/$см^3$;

V — объем конечного раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

6.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 2.

6.4.3. 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 табл. 2.

6.4.4. Контроль точности результатов анализа, проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или гравиметрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВНЕСЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1535—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.5—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	4.4; 5.4.4; 6.4.4	ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 199—78	5.2	ГОСТ 4461—77	5.2; 6.2
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 4951—79	5.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 5017—74	Вводная часть, 5.2
ГОСТ 849—97	2; 5.3; 6	ГОСТ 5828—77	2; 5.2
ГОСТ 1953.1—79	2; 6	ГОСТ 6563—75	2; 5.2
ГОСТ 3118—77	1.1	ГОСТ 6691—77	5.2
ГОСТ 3652—69	2; 5.2	ГОСТ 18300—87	5.2
ГОСТ 3760—79	5.2	ГОСТ 20478—75	2; 5.2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 22867—77	2
ГОСТ 4461—77	6	ГОСТ 25086—87	1.1; 4.4; 5.4.4; 6.4.4
ГОСТ 3773—72	5.2	ГОСТ 25336—82	5.2

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru