УДК 669.35'5:546.74.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

Методы определения никеля

Copper-zinc alloys.
Methods for the determination of nickel

ОКСТУ 1709

ГОСТ 1652.11—77

(ИСО 4742—84)

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения никеля (при массовой доле никеля от 0,5 до 7 %) и экстракционно-фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения никеля (при массовой доле никеля от 0,01 до 7 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527—70, ГОСТ 17711—80 и ГОСТ 1020—77.

Допускается проводить определения никеля в медно-цинковых сплавах по ИСО 4742 (см. приложение).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе в присутствии винной или лимонной кислоты диметилглиоксимом в виде нерастворимого внутрикомплексного соединения.

2.2. Реактивы и растворы

Тигли фильтрующие по ГОСТ 23932, типов ТФ—3—20, ТФ—3—32.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4 и 1:1.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, 9 моль/дм^3 раствор.
Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм^3.
Аммоний азотнокислый, раствор 100 г/дм^3.
Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 400 г/дм^3.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Аммиак-водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм^3.
(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для сплавов, содержащих кремний*

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1 и 1 см^3 фтористоводородной кислоты. Растворение проводят при нагревании. Затем прибавляют 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и снова выпаривают до белого дыма серной кислоты. Соли растворяют в воде, раствор переносят в стакан вместимостью 300 см^3, разбавляют водой до 150 см^3, добавляют 8 см^3 прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 1652.1.

Электролит переносят в стакан вместимостью 600 см^3, разбавляют водой до 200 см^3 и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.2.

2.3.2. *Для медно-цинковых сплавов остальных марок*

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После полного растворения пробы ополаскивают стенки стакана водой и удаляют окислы азота кипячением. Затем раствор разбавляют до объема 150 см^3 водой, прибавляют 7 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 1652.1. Электролит переводят в стакан вместимостью 600 см^3 и разбавляют водой до 200 см^3.

Раствор нагревают до 70 °С, прибавляют 20 см^3 раствора винной или лимонной кислоты, нейтрализуют аммиаком до слабокислой реакции (pH 4—5) по универсальной индикаторной бумаге и при

энергичном перемешивании добавляют 20—25 $см^3$ спиртового раствора диметилглиоксима и 2—3 $см^3$ аммиака до слабощелочной среды. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте 40—60 мин и затем осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок промывают горячей водой. Осадок на фильтре растворяют в 30 $см^3$ 9 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты в стакане, где проводилось осаждение. Фильтр промывают горячей водой. Раствор разбавляют горячей водой до 200 $см^3$. Осаждение никеля повторяют, прибавляя 10 $см^3$ раствора винной или лимонной кислоты, нейтрализуют аммиаком до pH 4—5, прибавляют 10 $см^3$ спиртового раствора диметилглиоксима и 2—3 $см^3$ аммиака. Раствор с осадком выдерживают в теплом месте 40—60 мин (можно оставить на ночь).

Осадок отфильтровывают на предварительно взвешенный фильтрующий тигель при отсасывании. Осадок промывают три раза раствором аммиака, разбавленным 1:50, затем пять раз горячей водой и под конец два раза этиловым спиртом, разбавленным 1:3. Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — масса диметилглиоксимата никеля, г;

0,2032 — коэффициент пересчета диметилглиоксимата никеля на никель;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1.

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	*d*, %	*D*, %
От 0,5 до 3 включ.	0,05	0,07
Св. 3 » 5 »	0,06	0,08
» 5 » 7 »	0,08	0,1

2.4.2, 2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

2.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4.4.1, 2.4.4.2. **(Исключены, Изм. № 4).**

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на экстрагировании никеля в виде диметилглиоксимата хлороформом, реэкстракции никеля в водную фазу, образовании в водной фазе комплекса никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя и измерении оптической плотности окрашенного раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 5 моль/дм^3 раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:100.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 1 моль/дм^3 раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм^3.

Натрий серноватистокислый.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 400 г/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Фенолфталеин по ГОСТ 5851, раствор 100 г/дм^3 в этиловом спирте.

Диацетилдиоксим (диметилглиоксим) по ГОСТ 5828, раствор 35 г/дм^3 и 1 моль/дм^3 раствор гидроокиси натрия.

Диметилглиоксим, спиртовой раствор 10 г/дм^3.

Натрий виннокислый.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Водорода перекись по ГОСТ 10928.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 100 г/дм^3

Хлороформ.

Никель марки Н0.

Стандартный раствор никеля.

Раствор А: готовят следующим образом: 0,1 г никеля помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см^3 перекиси водорода, которую добавляют постепенно. Сухой остаток растворяют в 100 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, затем доливают до метки водой и перемешивают.

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

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3 и растворяют в 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. К раствору прибавляют 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают почти досуха. Остаток растворяют в горячей воде с прибавлением 2—3 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть объемом 10 см^3 при массовой доле никеля до 0,2 % и 2 см^3 при массовой доле никеля свыше 0,2 % помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до 25 см^3 и подщелачивают аммиаком, а затем снова подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:1. Затем добавляют 0,5 г виннокислого натрия, 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 10 см^3 раствора серноватистокислого натрия и устанавливают pH раствора 6,5±0,3, прибавляя раствор уксуснокислого натрия. Прибавляют 1 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина до pH 6,5 по индикаторной бумаге. Затем добавляют 5 г серноватистокислого натрия, 0,5 г виннокислого натрия, 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 1 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, встряхивая после добавления каждого реактива. После этого прибавляют 4 см^3 этанольного раствора диметилглиоксима и экстрагируют 20 см^3 хлороформа в течение 3 мин. После разделения фаз окрашенный в желтый цвет хлороформный экстракт переносят в другую делитель-

ную воронку, и из оставшегося водного раствора повторяют экстракцию 10 см^3 хлороформа. Экстракты объединяют и реэкстрагируют никель 30 см^3 5 моль/дм^3 раствора соляной кислоты. Органический слой отбрасывают, а водный раствор нейтрализуют аммиаком по фенолфталеину и последовательно прибавляют 2,5 г серноватистокислого натрия, 0,25 г виннокислого натрия, 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 1 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, 2 см^3 раствора диметилглиоксима в этаноле и экстрагируют в течение 3 мин 20 см^3 хлороформа. Экстракт сливают в другую делительную воронку, а из оставшегося водного раствора повторяют экстракцию 10 см^3 хлороформа. Объединенные экстракты промывают 15 см^3 аммиака, разбавленного 1:100, в течение 2 мин. Промывание экстракта повторяют еще раз. К промытому хлороформному экстракту в делительной воронке прибавляют 5 см^3 щелочного раствора диметилглиоксима, 4 см^3 раствора надсернокислого аммония и взбалтывают в течение 5 мин. После разделения слоев органический слой удаляют, а водную фазу переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки водой и через 5 мин измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 1 см на спектрофотометре при длине волны 445 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Содержание никеля вычисляют по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В делительные воронки вносят 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 и 6 см^3 стандартного раствора никеля, прибавляют аммиак до щелочной реакции, снова подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до pH 6,5 и затем поступают, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, полученный аналогичным образом без добавления стандартного раствора никеля.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю никеля (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	d, %	D, %
От 0,01 до 0,025 включ.	0,003	0,004
Св. 0,025 » 0,05 »	0,005	0,007
» 0,05 » 0,1 »	0,01	0,014
» 0,1 » 0,25 »	0,015	0,02
» 0,25 » 0,5 »	0,02	0,03
» 0,5 » 0,75 »	0,03	0,04
» 0,75 » 1,0 »	0,04	0,06

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

3.4.2, 3.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.4.1—3.4.4.3. **(Исключены, Изм. № 4).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и измерении абсорбции никеля в пламени ацетилен—воздух, используя излучение с длиной волны 232 или 341,5 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр.

Лампа с полым катодом для никеля.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 1:1.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 1 г никеля растворяют в 20 см^3 смеси кислот. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг никеля.

Раствор Б: 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 0,1 мг никеля.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для сплавов, содержащих кремний до 0,05 %*

Навеску сплава массой 0,1 или 0,5 г, согласно табл. 3, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10—20 см^3 смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см^3 и доливают водой до метки.

Таблица 3

Массовая доля никеля, %	Масса навески сплава, г	Вместимость мерной колбы, см^3
От 0,01 до 0,2 включ.	0,5	100
Св. 0,2 » 0,5 »	0,5	250
» 0,5 » 7,0 »	0,1	100

4.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний свыше 0,05 %*

Навеску сплава массой 0,1 или 0,5 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10—20 см^3 азотной кислоты (1:1) и 2 см^3 фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см^3 серной кислоты (1:1) и раствор упаривают до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. После охлаждения добавляют 30 см^3 воды, остаток растворяют, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см^3 и доливают водой до метки.

4.3.3. *Построение градуировочных графиков*

При массовой доле никеля от 0,01 до 0,5 % в семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б никеля, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг никеля. Во все колбы наливают по 10 см^3 смеси кислот и доливают водой до метки.

При массовой доле никеля от 0,5 до 7 % в восемь мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см^3 стандартного раствора А никеля, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 мг никеля. Во все колбы наливают по 10 см^3 смеси кислот и доливают водой до метки.

4.2—4.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.3.4. Измеряют атомную абсорбцию никеля в растворах анализируемых сплавов и в градуировочных растворах, регистрируя аналитические сигналы. Используя пламя ацетилен—воздух и аналитические линии 232,0 нм (при массовой доле никеля от 0,01 до 0,5 % и при массовой доле никеля от 0,5 до 7,0 % для растворов сплавов, разбавленных в 10 раз) и 341,5 нм (при массовой доле никеля от 0,5 до 7,0 %). По полученным значениям строят градуировочный график.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю никеля (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация никеля в анализируемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация никеля в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем мерной колбы для приготовления раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 1 и 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость), не должны превышать значений, указанных в табл. 1 и 2.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным

стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4.4.1—4.4.4.3. **(Исключены, Изм. № 4).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ИСО 4742—84
Медные сплавы. Определение никеля. Гравиметрический метод

1. Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает гравиметрический метод определения массовой доли никеля во всех типах медных сплавов, имеющихся в международных стандартах.

Метод применим при массовой доле никеля от 2 до 50 %.

2. Предупреждение! Работая по настоящему стандарту, следует соблюдать обычные меры предосторожности при работе с хлорной кислотой.

3. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте и удалении олова и кремния, если они присутствуют. Отделении меди электролизом и осаждении никеля из электролита диметилглиоксимом в присутствии лимонной кислоты.

4. Реактивы

При анализе используют реактивы квалификации ч.д.а. и дистиллированную воду или деионизированную воду.

4.1. Азотная кислота (ρ = 1,4 г/см^3).

4.2. Хлорная кислота (ρ = 1,67 г/см^3).

4.3. Бромистоводородная кислота (ρ = 1,38 г/см^3).

4.4. Раствор аммиака (ρ = 0,925 г/см^3).

4.5. Раствор азотной кислоты (1:1).

Смешивают 100 см^3 азотной кислоты (ρ = 1,4 г/дм^3) и 100 см^3 воды.

4.6. Сульфаминовая кислота, раствор 100 г/дм^3.

4.7. Лимонная кислота, раствор 250 г/дм^3.

4.8. Диметилглиоксимат натрия, раствор 25,9 г/дм^3.

5. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, с дополнением.

5.1. Стаканы вместимостью от 300 до 400 $см^3$.

5.2. Электролизная установка с источником тока и платиновыми электродами.

5.3. Фильтрующий тигель с размерами пор 16—40 мм.

6. Проведение анализа

6.1. Навеска пробы

6.1.1. *При массовой доле никеля от 2 до 4,25 %*

Взвесить с точностью до 0,0001 г около 2 г пробы так, чтобы массовая доля никеля в пробе была от 40 до 85 мг.

6.1.2. *При массовой доле никеля от 4 до 8,5 %*

Взвесить с точностью до 0,0001 г около 1 г пробы так, чтобы массовая доля никеля в пробе была от 40 до 85 мг.

6.1.3. *При массовой доле никеля от 8 до 50 %*

Взвесить с точностью до 0,0001 г от 0,25 до 1 г пробы так, чтобы массовая доля никеля в пробе была от 80 до 125 мг.

6.2. Растворение пробы

6.2.1. *Для сплавов, не содержащих олова и кремния*

Навеску пробы помещают в стакан вместимостью 300—400 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ раствора азотной кислоты и сначала растворяют на холоде, а затем при нагревании.

После полного растворения пробы раствор кипятят для удаления оксидов азота. Затем добавляют 50 $см^3$ воды, и далее, если раствор прозрачный, продолжают анализ по п. 6.3.

6.2.2. *Для сплавов, содержащих олово и кремний*

После растворения навески пробы сплава, содержащего олово, раствор будет мутным. В этом случае необходимо дать раствору отстояться в течение 1 ч при 80 °С для выпадения метаоловянной кислоты. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр с фильтробумажной массой и несколько раз промывают осадок теплым раствором азотной кислоты (1:99).

Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором проводилось растворение пробы, добавляют 15—20 $см^3$ азотной кислоты и 10—15 $см^3$ хлорной кислоты, накрывают стеклом и нагревают до обильного выделения белых паров. Нагревание продолжают до разрушения всего органического вещества. Остаток охлаждают, ополаскивают стекло и стенки стакана водой, добавляют 15 $см^3$ бромистоводородной кислоты и нагревают до выделения обильных белых паров для испарения олова. Операцию повторяют добавлением бромисто-водородной кислоты до выделения паров и осветления раствора. Затем раствор выпаривают досуха. Остаток охлаждают, растворяют в малом объеме воды и добавляют раствор к фильтрату.

6.3. Электролиз

Добавляют 5 $см^3$ сульфаминовой кислоты к раствору и приблизительно 200 $см^3$ воды и проводят электролиз.

6.4. Осаждение никеля

6.4.1. Добавляют к электролиту 5 $см^3$ азотной кислоты и 10 $см^3$ хлорной кислоты и выпаривают раствор до выделения обильных белых паров. Охлаж-

дают и добавляют 100 см^3 воды. Переносят раствор в стакан вместимостью 800 см^3, при необходимости отфильтровав. Добавляют 10 см^3 раствора лимонной кислоты и раствор аммиака до тех пор, пока раствор не посинеет. Добавляют дополнительно 1 см^3 и разбавляют водой до объема 400 см^3 и нагревают до 60—70 °С.

6.4.2. При массовой доле никеля от 40 до 85 мг добавляют 44 см^3 раствора диметилглиоксимата натрия к раствору при энергичном перемешивании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, периодически перемешивая.

6.4.3. При массовой доле никеля от 80 до 125 мг добавляют 60 см^3 раствора диметилглиоксимата натрия к раствору при энергичном перемешивании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, периодически перемешивая.

6.5. Фильтрование

Отфильтровывают осадок во взвешенный фильтрующий тигель, предварительно высушенный в течение 1 ч при температуре 150 °С. Промывают осадок 10—12 раз небольшим количеством воды, давая возможность фильтру полностью стечь между промывками. Затем сушат осадок в течение 1 ч при температуре 150 °С, охлаждают и взвешивают.

7. Обработка результатов

Массовую долю никеля в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{m_1 \cdot 0{,}2032 \cdot 100}{m} = \frac{m_1}{m} \cdot 20{,}32,$$

где m_1 — масса осадка диметилглиоксимата никеля, г;

0,2032 — коэффициент пересчета диметилглиоксимата никеля на никель;

m — масса навески пробы, г.

8. Отчет об анализе

Отчет о проведении анализа должен содержать:

а) методику отбора проб;

б) применяемый метод анализа;

в) полученные результаты и метод их расчета;

г) все характерные особенности, замеченные при анализе;

д) все проделанные операции, не предусмотренные настоящим стандартом, или же считающиеся побочными.

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Введено дополнительно, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной промышленности СССР**
   РАЗРАБОТЧИКИ
   Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егиазарова (руководитель темы), **И.А. Воробьева**
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062**
3. **ВЗАМЕН ГОСТ 1652.11—71**
4. **Стандарт полностью соответствует ИСО 4742—84**
5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.4.4, 3.4.4, 4.4.4
ГОСТ 199—78	3.2
ГОСТ 849—70	4.2
ГОСТ 1020—77	Вводная часть
ГОСТ 1652.1—77	1.1, 2.3.1, 2.3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3652—69	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 5456—79	3.2
ГОСТ 5817—77	2.2
ГОСТ 5828—77	2.2, 3.2
ГОСТ 5851—75	3.2
ГОСТ 10484—78	2.2, 4.2
ГОСТ 10928—90	3.2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 17711—93	Вводная часть
ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 20478—75	3.2
ГОСТ 23932—90	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4
ГОСТ 27068—86	3.2
ИСО 4742—84	Вводная часть, приложение

6. **Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия**
7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в октябре 1981 г., ноябре 1987 г., октябре 1989 г. (ИУС 12—81, 2—88, 2—90, 3—93)**

gost.e-ecolog.ru