
ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ЭЛЕКТРОЛИТЫ НИКЕЛИРОВАНИЯ**ОСТ 3-6444-88****Методики выполнения измерений****содержаний компонентов****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.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**1.1. Общие требования устанавливает ОСТ 3-6442-88****2. ЭЛЕКТРОЛИТ МАТОВОГО НИКЕЛИРОВАНИЯ****2.1. Состав электролита матового никелирования приведен в табл.1.**

С.54

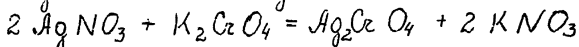
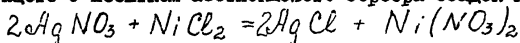
Таблица I

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 электродит компонентов и примесей цинка, меди, железа.

2.2. Методика выполнения измерений массовой концентрации хлористого никеля аргентометрическим методом

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



Погрешность измерения в диапазоне 300-400 г/дм³ составляет $\pm 0,7$ г/дм³.

2.1.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Весы аналитические.

Колбы мерные вместимостью 100 см³ и 1 дм³.

Мензурка мерная вместимостью 100 см³.

Пипетка вместимостью 10 см³ без делений.

Воронки стеклянные конические.

Колба коническая вместимостью 250 см³.

Фильтры бумажные.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Серебро азотнокислое, раствор концентрацией 0,05 моль/дм³.

Калий хромовокислый, раствор концентрацией 100 г/дм³.

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 см³ воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, 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 см³ воды, добавляют 2-3 капли раствора хромовокислого калия и медленно титруют раствором азотнокислого серебра до появления осадка красно-бурого цвета, исчезающего при перемешивании.

Молярную концентрацию раствора азотнокислого серебра вычисляют по формуле (I)

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

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, см³.

2.2.4. Требования к выполнению измерений.

2.2.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доводят до метки водой, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см³ полученного раствора в коническую колбу, приливают 50-60 см³ воды, добавляют 4-5 капель раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра до появления красно-бурой окраски раствора исчезающей в течение 1-2 мин.

2.2.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.2.5.1. Массовую концентрацию хлористого никеля в г/дм³ вычисляют по формуле (2)

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

где V_1 - объем раствора азотнокислого серебра, израсходованного на титрование, см³;

0,00594 - массовая концентрация 0,05 М раствора азотнокислого серебра, выраженная в г/см³ хлористого никеля 6-водного;

K - поправка на отклонение молярной концентрации раствора азотнокислого серебра от 0,05 моль/дм³;

V - объем электролита, взятый для анализа, см³.

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.	I

2.3. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислого никеля комплексометрическим методом

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

Погрешность измерения в диапазоне 140–200 г/дм³ составляет ±5 г/дм³.

2.3.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Колбы мерные вместимостью 250 см³ и 1 дм³.

Колбы плоскодонные вместимостью 250 см³.

Пипетка вместимостью 10 см³ без делений.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Аммиак водный.

Аммоний хлористый.

Трилон Б, ^{молярной} раствором концентрации 0,05 моль/дм³.

Сульфарсазен, свежеприготовленный раствор концентрацией 1 г/дм³.

2.3.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.3.3.1. Для приготовления буферного раствора (рН 9–10) в мерной колбе вместимостью 1 дм³ растворяют в воде 54 г хлористого аммония, приливают 350 см³ аммиака, доводят водой до метки, перемешивают.

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

2.3.4. Требования к выполнению измерений.

2.3.4.1. В мерную колбу вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см³ полученного раствора в коническую колбу, приливают 50 см³ воды, 10 см³ 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/дм³ вычисляют по формуле (3)

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

где V_1 - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

0,00293 - массовая концентрация 0,5М раствора трилона Б, выраженная в г/см³ никеля;

V - объем электролита, взятый для анализа, см³;

C_I - массовая концентрация хлористого никеля 6-водного г/дм³;

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.

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 измерения в диапазоне 140-200 г/дм³ составляет ± 6 г/дм³.

2.4.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см³.

Воронки стеклянные конические.

Колбы конические вместимостью 150 см³.

Фильтры бумажные "белая лента".

Кислота серная и разбавленная 1:4.

Никель сернокислый 7-водный.

2.4.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.4.3.1. Для приготовления стандартного раствора никеля концентрацией 20 г/дм^3 навеску сернокислого никеля массой $9,5 \text{ г}$ растворяют в воде, содержащей 2 см^3 серной кислоты, в мерной колбе вместимостью 100 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.

2.4.3.2.1. В мерные колбы вместимостью 50 см^3 отбирают $5,0$; $7,0$; $10,0$; $15,0$; $20,0 \text{ см}^3$ стандартного раствора никеля, приливают по 10 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.

2.4.4.1. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 отбирают пипеткой 5 см^3 электролита, добавляют 10 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.

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

$$C = \left(\frac{m \cdot 1000}{V} - C_1 \cdot 0,247 \right) \cdot 4,784, \quad (4)$$

- где m – масса никеля, найденная по градуировочному графику, г;
 V – объем электролита, взятый для анализа, см³;
 C_1 – массовая концентрация хлористого никеля 6-водного, г/дм³;
 0,247 – коэффициент пересчета с хлористого никеля 6-водного на никель;
 4,784 – коэффициент пересчета с никеля на серноокислый 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 серноокислого никеля, г/дм ³	Допускаемое расхождение, г/дм ³
От 140 до 200 включ.	10

2.5. Методика выполнения измерений массовой концентрации серноокислого натрия гравиметрическим методом

2.5.1. Метод основан на осаждении сульфат-ионов хлористым барием в виде сульфата бария, прокаливании и взвешивании осадка. Содержание серноокислого натрия находят по разности между общим содержанием сульфат-ионов в электролите и связанным с никелем. Погрешность измерения в диапазоне 60–80 г/дм³ составляет ± 2 г/дм³.

С.62

2.5.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Пипетка вместимостью 10 см³ без делений.

Тигли фарфоровые.

Электропечь сопротивления лабораторная.

Эксикатор.

Мензурка мерная вместимостью 50 см³.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 300 см³.

Воронки стеклянные конические.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента".

Барий хлористый, раствор концентрацией 100 г/дм³.

Кислота соляная.

Серебро азотнокислое, раствор концентрацией 1 г/дм³.

Аммоний азотнокислый, раствор концентрацией 10 г/дм³.

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 °С 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.

2.5.4. Требования к выполнению измерений.

2.5.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см³ полученного раствора в стакан вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ воды, 5 см³ соляной кислоты. Раствор нагревают до 80 °С, приливают 20 см³ 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.

2.5.5.1. Массовую концентрацию сернокислого натрия 10-водного в г/дм³ вычисляют по формуле (5)

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

где m — масса осадка сернокислого бария, г;

1,379 — коэффициент пересчета с сернокислого бария на сернокислый натрий 10-водный;

V — объем электролита, взятый на анализ, см³;

C_1 — содержание сернокислого никеля 7-водного, г/дм³;

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

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

Таблица 5

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

2.6. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернистого 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 сернистого натрия находят по разности между общим содержанием сульфат-ионов в электролите и связанным с никелем.

Погрешность измерения в диапазоне 60-80 г/дм³ составляет ± 2 г/дм³.

2.6.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Колонка хроматографическая.

Катионит КУ-2-8 в Н⁺ форме.

Пипетка вместимостью 10 см³ без делений.

Колбы мерные вместимостью 100 см³ и 1 дм³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Спирт этиловый ректифицированный или ацетон.

Ализариновый красный С, раствор концентрацией 2 г/дм³.

Кислота соляная, растворы концентрацией 0,1 и 3 моль/дм³.

Кислота серная, раствор молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят из стандарт-титра.

Барий хлористый, раствор концентрацией 0,05 моль/дм³.

Магний уксуснокислый 4-водный, раствор концентрацией 0,25 моль/дм³.

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 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Для установления молярной концентрации раствора хлористого бария в коническую колбу отбирают пипеткой 10 см³ раствора серной кислоты, приливают 40-45 см³ воды и раствор уксуснокислого магния до рН 3-3,5. К полученному раствору прибавляют 2-3 капли раствора ализаринового красного, 40 см³ 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)

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

где V_1 - объем раствора серной кислоты, взятый на титрование, см³;

0,05 - молярная концентрация раствора серной кислоты, моль/дм³;

V - объем раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, см³.

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 см³. Через

колонку пропускают 30–40 см³ 3 М раствора соляной кислоты со скоростью 2–3 см³/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 Н⁺-форму, как указано выше.

2.6.4. Требования к выполнению измерений.

2.6.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доливают водой до метки и меремешивают. Переносят пипеткой 10 см³ полученного раствора в ионообменную колонку и пропускают раствор через нее со скоростью 2 см³/мин. После того как уровень жидкости опустится почти до верхней границы смолы, вымывают сульфат-ионы из колонки 40–50 см³ воды, пропуская небольшими порциями.

Элят и промывные воды собирают в коническую колбу, прибавляют раствор уксуснокислого магния до pH 3–3,5, 2–3 капли раствора ализаринового красного, 40 см³ 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/дм³ вычисляют по формуле (7)

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

где V_1 – объем раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, см³;

0,0161 – массовая концентрация 0,05М раствора хлористого бария, выраженная в г/см³ сернокислого натрия 10-водного;

K – поправка на отклонение молярной концентрации раствора хлористого бария от 0,05 моль/дм³;

V – объем электролита, взятый для анализа, см³;

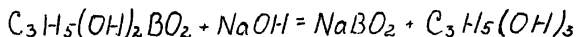
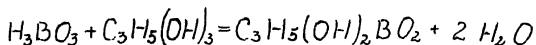
C_1 – массовая концентрация сернокислого никеля 7-водного, г/дм³;

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.



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

Погрешность измерения в диапазоне 25,0–40,0 г/дм³ составляет $\pm 0,3$ г/дм³.

2.7.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Лабораторный рН-метр-милливольтметр.

Мешалка.

Колбы мерные вместимостью 100 см³ и 1 дм³.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 150 см³.

Пипетка вместимостью 5 и 10 см³ без делений.

Бurette вместимостью 25 см³.

Натрия гидроокись, растворы концентрацией 0,1 моль/дм³ и 0,02 моль/дм³.

Кислота соляная, разбавленная 1:10.

Кислота борная, раствор концентрацией 1 г/дм³.

Глицерин, водный раствор, разбавленный 2:1.

2.7.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.7.3.1. Раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,1 моль/дм³ (А) готовят по разд.3 ОСТ 3 - 6443 - 88.

2.7.3.2. Раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,02 моль/дм³ готовят разбавлением в 5 раз раствора (А) прокипяченной в течение 1 ч и охлажденной водой.

2.7.3.3. Для приготовления стандартного раствора борной кислоты концентрацией 1 г/дм³ навеску борной кислоты массой 1,0000 г растворяют водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки, перемешивают.

2.7.3.4. Для установления массовой концентрации раствора гидроокиси натрия, выраженной в г/см³ борной кислоты, отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора борной кислоты в химический

стакан, приливают 50 см³ воды. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, опускают электроды, присоединенные к потенциометру, и добавляют раствор гидроксида натрия до установления рН раствора 6,9. Затем к раствору приливают 30 см³ раствора глицерина и прибавляют раствор гидроксида натрия концентрацией 0,02 моль/дм³ до установления исходного значения рН 6,9.

Параллельно проводят контрольный опыт:

титруют этим же раствором гидроксида натрия 30 см³ раствора глицерина до рН 6,9.

Массовую концентрацию гидроксида натрия, выраженную в г/см³ борной кислоты, вычисляют по формуле (8).

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

где 0,0010 - концентрация борной кислоты в стандартном растворе г/см³;

V - объем раствора борной кислоты, взятый для титрования, см³;

V_1 - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование раствора борной кислоты, см³;

V_2 - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование раствора глицерина в контрольном опыте, см³.

2.7.4. Требования к выполнению измерений.

2.7.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доводят до метки водой, перемешивают. Отбирают пипеткой 5 см³ полученного раствора в стакан, приливают 20-30 см³ воды, и далее в соответствии с п.2.5.3.4 настоящего стандарта.

2.7.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.7.5.1. Массовую концентрацию борной кислоты в г/дм³ вычисляют по формуле (9)

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

где C_1 - массовая концентрация гидроокиси натрия, выраженная в г/см³ борной кислоты;

V_1 - объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора после добавления раствора глицерина, см³;

V_2 - объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора глицерина в контрольном опыте, см³;

V - объем электролита, взятый на анализ, см³.

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.

Никель связывают в комплекс раствором железисто-синеродистого калия.

Погрешность измерения в диапазоне 25,0–40,0 г/дм³ составляет ±0,3 г/дм³.

2.8.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Пипетки вместимостью I и IO см³ без делений.

Колба мерная вместимостью IOO см³.

Бurette вместимостью 25 см³.

Натрия гидроокись, раствор концентрацией 0,1 моль/дм³.

Калий железистосинеродистый, насыщенный раствор.

Феноловый красный, водный раствор концентрацией I г/дм³.

Глицерин, водный раствор, разбавленный 2:1 и нейтрализованный.

Кислота борная, раствор концентрацией I г/дм³.

Фенолфталеин, спиртовой раствор концентрацией I г/дм³.

Спирт этиловый ректифицированный технический.

2.8.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.8.3.1. 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 см³ глицерина добавляют IOO см³ воды, 5–8 капель раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до появления бледно-розовой окраски раствора.

2.8.3.4. Для установления массовой концентрации раствора гидроксида натрия, выраженной в г/см³ борной кислоты, отбирают пипеткой 10 см³ раствора борной кислоты в коническую колбу, приливают 50-60 см³ воды, 5-6 см³ раствора глицерина, 5-6 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до появления бледно-розовой окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора гидроксида натрия, выраженную в г/см³ борной кислоты, вычисляют по формуле (10)

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

где 0,0010 - концентрация борной кислоты в стандартном растворе, г/дм³;

V_1 - объем раствора борной кислоты, взятый на титрование, см³;

V_2 - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³.

2.8.4. Требования к выполнению измерений.

2.8.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см³ полученного раствора в коническую колбу, приливают 20 см³ воды, 5 см³ раствора железистосинеродистого калия и 10 капель раствора фенолового красного. Содержимое колбы взбалтывают и медленно титруют раствором гидроксида натрия до перехода окраски осадка из светло-зеленого в фиолетово-голубой цвет. Фиксируют объем гидроксида натрия (V_1).

Затем прибавляют 5-6 см³ раствора глицерина и снова титруют раствором гидроксида натрия до установления устойчивой окраски осадка фиолетово-голубого цвета.

К оттитрованной пробе прибавляют еще 5 см³ 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/дм³ вычисляют по формуле (II).

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

где V_1 - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование пробы до прибавления раствора глицерина, см³;

V_2 - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование пробы после прибавления раствора глицерина, см³;

C_1 - массовая концентрация раствора гидроксида натрия, выраженная в г/см³ борной кислоты;

V - объем электролита, взятый на анализ, см³.

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

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

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

Погрешность измерения в диапазоне 25,0-40,0 г/дм³ составляет $\pm 0,3$ г/дм³.

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

Калий щавелевокислый, раствор концентрацией 100 г/дм³, нейтрализованный по фенолфталеину.

Метилловый красный, спиртовый раствор концентрацией 2 г/дм³.

Метиленовый синий, спиртовый раствор концентрацией 1 г/дм³.

2.9.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.9.3.1. 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/дм³ и метиленового синего концентрацией 1 г/дм³ и смешивают в соотношении 1:1.

2.9.4. Требования к выполнению измерений.

2.9.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 20 см³ полученного раствора в коническую колбу и добавляют 2-3 капли смешанного индикатора. При окрашивании электролита в

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 см³ раствора щавелевокислого калия, 10 капель раствора фенолфталеина, 20 см³ глицерина и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода зеленой окраски в грязнофиолетовую. К оттитрованной пробе прибавляют еще 5 см³ 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/дм³ 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. М е т о д и к а в ы п о л н е н и я и з м е р е н и й
м а с с о в о й к о н ц е н т р а ц и и ц и н к а а т о м н о -
а б с о р б ц и о н н ы м м е т о д о м

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.

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 см³, 1 дм³.

Пипетка вместимостью 5 см³ с делениями.

Пипетка вместимостью 10 см³ без делений.

Цинк металлический.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Никель серноокислый, раствор массовой концентрацией 200 г/дм³.

2.10.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.10.3.1. Для приготовления стандартного раствора цинка концентрацией 0,1 г/дм³ навеску цинка массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.10.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора цинка, приливают по 10 см³ раствора серноокислого 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.

2.10.4. Требования к выполнению измерений.

2.10.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ 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/дм³ вычисляют по формуле (I2)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V} \quad (I2)$$

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

V — объем электролита, взятый на анализ, см³.

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

2.11.1. Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения атомами ^{медь} цинка 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 см³ с делениями.

Медь металлическая.

Кислота азотная, разбавленная 1:1.

2.11.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.11.3.1. Для приготовления стандартного раствора меди массовой концентрацией $0,1 \text{ г/дм}^3$ навеску меди массой $0,1000 \text{ г}$ растворяют при нагревании в 10 см^3 раствора азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 доливают водой до метки и перемешивают.

2.11.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 приливают $1,0, 2,5, 5,0$ и $10,0 \text{ см}^3$ стандартного раствора меди, приливают 10 см^3 раствора сернокислового никеля, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют величину степени поглощения излучения при введении раствора в пламя воздуха-ацетилен при длине волны $324,8 \text{ нм}$. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам меди строят градуировочный график.

2.11.4. Требования к выполнению измерений.

2.11.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой 10 см^3 электролита, доливают водой до метки, перемешивают и далее в соответствии с п.2.11.3.2 настоящего стандарта.

Массу меди в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

2.11.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.11.5.1. Массовую концентрацию меди в г/дм^3 вычисляют по формуле (12) настоящего стандарта.

2.11.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 5% .

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 см³ раствора сернокислого никеля концентрацией 200 г/дм³.

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.

3.2. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислого никеля комплексометрическим 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 аргенмометрическим 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.8Г

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

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

3.7. Методика выполнения измерений массовой концентрации сахараина фотометрическим методом

3.7.1. Метод основан на измерении оптической плотности раствора электролита, обусловленной собственным поглощением сахараина при длине волны 270 нм.

В фотометрируемом объеме должно находиться не более $0,06 \text{ г/дм}^3$ I,4 бутиндиола.

Погрешность измерения в диапазоне $1,00-2,00 \text{ г/дм}^3$ составляет $\pm 0,05 \text{ г/дм}^3$.

3.7.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.
Спектрофотометр.

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Колбы мерные вместимостью 100 см³ и 1 дм³.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³ без делений.

Пипетка вместимостью 5 см³ с делениями.

Сахарин, раствор концентрацией 1 г/дм³.

3.7.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

3.7.3.1. Для приготовления стандартного раствора сахараина концентрацией 1 г/дм³ навеску сахараина массой 1,0000 растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки, перемешивают.

3.7.3.2. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора сахараина, 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 сахараина строят градуировочный график.

3.7.4. Требования к выполнению измерений.

3.7.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доводят водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 20 см³ полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 сахараина в г/дм³ вычисляют по формуле (13)

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

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

V — объем электролита, взятый для анализа, см³.

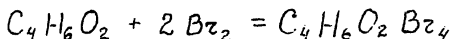
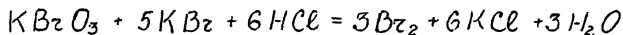
3.7.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.8.

Таблица 8

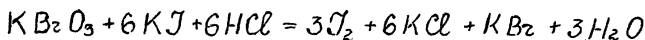
Массовая концентрация сахарина, г/дм ³	Допускаемое расхождение, г/дм ³
От 1,00 до 2,00 включ.	0,08

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

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



Непрореагировавший бром определяют иодометрически, добавляя раствор иодистого калия, при этом избыток бромоводородного калия окисляет KI до I_2



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 см³ со шлифом.

Пипетка вместимостью 10 см³ без делений.

Бюретка вместимостью 25 см³

Калий бромистый.

Калий бромоватоокислый.

Калий иодистый, раствор концентрацией 100 г/дм³.

Натрий серноватокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, готовят из стандарт-титра.

Кислота соляная.

Крахмал растворимый, раствор концентрацией 10 г/дм³.

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 см³ горячей воды. Растертую кашку вливают при перемешивании в 90 см³ 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 бромоватоокислого калия массой 2,78 г растворяют в 50 см³ воды и добавляют 10 г бромистого калия.

3.8.4. Требования к выполнению измерений.

3.8.4.1. В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 10 см³ электролита, доливают 90 см³ воды и по 10 см³ раствора бромид-бромата и соляной кислоты. Колбу закрывают пришлифованной пробкой и оставляют на 5-10 мин в темном месте. Затем добавляют 10 см³ раствора иодистого калия, закрывают колбу и через 1-2 мин титруют выделившийся иод раствором серноватокислого натрия до почти полного исчезновения коричневой окраски раствора. Прибавляют 10-15 капель крахмала и продолжают титровать до появления

зеленой окраски раствора. Параллельно проводят холостой опыт, для чего через все стадии анализа проводят 25 см³ воды.

3.8.5. Требования к вычислению результатов измерений.

3.8.5.1. Массовую концентрацию 2-бутиндиола-1,4 в г/дм³ вычисляют по формуле (I4)

$$C = \frac{86,08 \cdot 0,1 (V_0 - V_1)}{3,2 V} , \quad (I4)$$

где 86,08 - молярная масса молекулы 2-бутиндиола-1,4;

0,1 - молярная концентрация эквивалента раствора серноватистокислого натрия, моль/дм³;

V_0 - объем раствора, серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование холостой пробы, см³;

V_1 - объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титровании пробы, см³;

3,2 - коэффициент реакции;

V - объем электролита, взятый для анализа, см³.

3.8.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 5%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН 05.12.88 И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Министерством.
2. СОГЛАСОВАН ЦГОС 18.11.88 (ПРИКАЗ ЦГОС от 14.02.89 № 39сн)
ЦК Профсоюза 27.10.88
3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН
за № _____ от _____ 1988 г.
4. Срок первой проверки
периодичность проверки
5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ