

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/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 2 моль/дм³ раствор.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 20 г/дм³ в азотной кислоте, разбавленной 1:100.

Аммоний надсерноокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, свежеприготовленный раствор 20 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор 10 г/дм³ в 2 моль/дм³ растворе гидроокиси натрия.

Никель по ГОСТ 849, марки Н0.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,2 г никеля растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Удаляют окислы азота кипячением. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0002 г никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³, добавляют 15 см³ 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 см³. К остатку добавляют 50 см³ горячей воды, 20 см³ 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 см³, подвергают электролизу для отделения свинца и меди при силе тока 1,5—2 А при перемешивании. Спустя 30 мин после начала электролиза, добавляют 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4.

После отделения меди и свинца электроды вынимают, промывают их 20—25 см³ воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, стакан ополаскивают 3—4 раза водой (по 10—12 см³), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (см. табл. 1) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до 20 см³ и прибавляют при перемешивании 5 см³ раствора лимонной кислоты, 3 см³ раствора надсернокислого аммония, 8 см³ раствора гидроксида натрия и 5 см³ раствора диметилглиоксима, доливают до метки водой и перемешивают.

Т а б л и ц а 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 см³ помещают последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б никеля, разбавляют водой до 20 см³ 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.

С. 3 ГОСТ 1953.5—79

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

Т а б л и ц а 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-абсорбционными 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/дм³.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 250 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 100 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 200 г/дм³.

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 см³ аммиака и доливают водой до 1000 см³.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 50 г/дм³.

Спирт этиловый, ректификованный по ГОСТ 18300.

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

Бромтимоловый синий, спиртовой раствор 10 г/дм³.

5.3. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. Удаляют кипячением окислы азота, добавляют 50 см³ горячей воды, 20 см³ горячего раствора азотнокислого аммония и осторожно нагревают 10 мин. В случае необходимости фильтруют раствор через плотный фильтр, с фильтробумажной массой в стакан вместимостью 250 см³. Осадок на фильтре промывают 7—8 раз горячим раствором азотной кислоты, разбавленной 1:99, и осадок отбрасывают. Фильтрат разбавляют водой до 150 см³, 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 сернокислового гидразина до обесцвечивания раствора.

Электролит переносят в стакан вместимостью 500 см³ и разбавляют водой до 200 см³, добавляют 10 см³ раствора винной или лимонной кислоты, 25 см³ раствора хлористого аммония и нейтрализуют аммиаком до слабокислой реакции (рН4—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 см³ спиртового раствора диметилглиоксима, 5 г уксуснокислого натрия, перемешивают, добавляют 2—3 см³ 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/дм³ 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 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г никеля.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ 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 см³ 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 см³, приливают 10 см³ 2 моль/дм³ соляной кислоты и доливают водой до метки.

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 см³ помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; и 10,0 см³ стандартного раствора никеля Б.

Во все колбы добавляют по 10 см³ 2 моль/дм³ 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/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

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)