

Изменение № 4 ГОСТ 1652.11—77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 02.12.92 № 1525

Дата введения 01.07.93

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение: **(СТ СЭВ 1521—79)** на **(ИСО 4742—84)**.

Вводную часть дополнить абзацем: «Допускается проводить определения никеля в медно-цинковых сплавах по ИСО 4742—84 (см. приложение)».

По всему тексту стандарта заменить обозначение: М на моль/дм³.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 25086—81 на ГОСТ 25086—87.

Пункт 2.4.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 26)

(Продолжение изменения № 4 к ГОСТ 1652.11—77)

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

Пункты 2.4.2, 3.4.2, 4.4.2. Заменить слова: « d — показатель сходимости» на « d — сходимость».

Пункты 2.4.3, 3.4.3, 4.4.3. Заменить слова: « D — показатель воспроизводимости» на « D — воспроизводимость».

Пункты 2.4.4 (2.4.4.1, 2.4.4.2), 3.4.4 (3.4.4.1—3.4.4.3), 4.4.4 (4.4.4.1—4.4.4.3) изложить в новой редакции: «2.4.4 (3.4.4, 4.4.4). Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам. (ГСО) или по отраслевым

(Продолжение см. с. 27)

стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315—91 или методом добавок или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 3.4.2. Таблицу 2 изложить в новой редакции:

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

«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, имеющих-ся 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 ($\rho=1,4$ г/см³).

4.2. Хлорная кислота ($\rho=1,67$ г/см³).

4.3. Бромистоводородная кислота ($\rho=1,38$ г/см³),

4.4. Раствор аммиака ($\rho=0,925$ г/см³),

4.5. Раствор азотной кислоты (1:1).

смешивают 100 см³ азотной кислоты ($\rho=1,4$ г/дм³) и 100 см³ воды.

4.6. Сульфаминовая кислота, раствор 100 г/дм³.

4.7. Лимонная кислота, раствор 250 г/дм³.

4.8. Диметилглиоксимат натрия, раствор 25,9 г/дм³.

5. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, с дополнением,

(Продолжение см. с. 28)

5.1. Стаканы вместимостью от 300 до 400 см³.

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 см³, добавляют 25 см³ раствора азотной кислоты и сначала растворяют на холоду, а затем при нагревании.

После полного растворения пробы раствор кипятят для удаления оксидов азота. Затем добавляют 50 см³ 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 см³ азотной кислоты и 10—15 см³ 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 см³ бромистоводородной кислоты и нагревают до выделения обильных белых паров для испарения олова. Операцию повторяют добавлением бромистоводородной 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 см³ сульфаминовой кислоты к раствору и приблизительно 200 см³ воды и проводят электролиз.

6.4. Осаждение никеля

6.4.1. Добавляют к электролиту 5 см³ азотной кислоты и 10 см³ хлорной кислоты и выпаривают раствор до выделения обильных белых паров. Охлаждают и добавляют 100 см³ воды. Переносят раствор в стакан вместимостью 800 см³, при необходимости отфильтровав. Добавляют 10 см³ раствора лимонной кислоты и раствор аммиака до тех пор, пока раствор не посинеет. Добавляют дополнительно 1 см³ и разбавляют водой до объема 400 см³ и нагревают до 60—70 °С.

6.4.2. При массовой доле никеля от 40 до 85 мг добавляют 44 см³ раствора диметилглиоксимата натрия к раствору при энергичном перемешивании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, периодически перемешивая.

(Продолжение см. с. 29)

(Продолжение изменения № 4 к ГОСТ 1652.11—77)

6.4.3. При массовой доле никеля от 80 до 125 мг добавляют 60 см³ 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

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

(Продолжение см. с. 30)

(Продолжение изменения № 4 к ГОСТ 1652.11—77)

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».

(ИУС № 3 1993 г.)