

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ
Методы определения никеля

Tin bronze. Methods for the determination
of nickel

ГОСТ
1953.5—79*
(СТ СЭВ 1535—79)

Взамен
ГОСТ 1953.5—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1979 г. № 3899 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле никеля от 0,05 до 2,5 %) и гравиметрический (при массовой доле никеля от 0,9 до 2,5 %) методы определения никеля.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1535—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★
* Переиздание, июнь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1983 г.; Пост. № 897 от 22.02.83 (ИУС 6—83)

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Установка электролизная.

Электроды платиновые по ГОСТ 6563—75.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69 (СТ СЭВ 394—76), раствор 100 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 2 М раствор.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 20 г/дм³ в азотной кислоте, разбавленной 1:100.

Аммоний надсерниокислый (персульфат) по ГОСТ 20478—75, свежеприготовленный раствор 20 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор 10 г/дм³ в 2 М растворе гидроокиси натрия.

Никель по ГОСТ 849—70, 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.

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 мл 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 надсернистого аммония, 8 см³ раствора гидроксида натрия и 5 см³ 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. При последовательном определении элементов из одной навески для определения никеля используют электролит после отделения меди. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают аликвотную часть анализируемого раствора 5 см³ при массовой доле никеля до 0,5 %, 2,5 см³ при массовой доле от 0,5 до 1 % и 1 см³ при массовой доле от 1 до 2,5 %, дополняют водой до объема 20 см³ и далее поступают, как указано в п. 3.1 (см. таблицу).

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.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,05 до 0,1	0,010
Св. 0,1 > 0,25	0,012
» 0,25 > 0,5	0,02
» 0,5 > 1,0	0,04
» 1,0 > 2,5	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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—75.

Тигли фильтрующие по ГОСТ 25336—82, типов ТФ 3—20, 3—22.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1 и 1:99.

Кислота лимонная по ГОСТ 5817—77, раствор 250 г/дм³.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 250 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:50.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 100 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 200 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—79.

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—77, раствор 50 г/дм³.

Спирт этиловый, ректифицированный по ГОСТ 18300—72.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 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—79. 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 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.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.08.90 № 2414

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Первый абзац перед словом «методы» дополнить словами: «и атомно-абсорбционный (при массовой доле никеля от 0,05 до 2,5 %)»; дополнить словами: «в оловянных бронзах по ГОСТ 5017—74, ГОСТ 613—79 и ГОСТ 614—73».

Пункт 1.1. Заменить слова: «по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях» на «по ГОСТ 25086—87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1—79».

Раздел 2. Заменить обозначение: М на моль/дм³ (2 раза).

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «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 до 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

(Продолжение см. с. 60)

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3—4.6:

«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.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, или сопоставлением результатов, полученных гравиметрическим или атомно-абсорбционным методами, в соответствии с ГОСТ 25086—87.

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

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

Раздел 5 дополнить пунктами — 5.4.3, 5.4.4: «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—78, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделом — 6:

«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.

(Продолжение см. с. 61)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1953.5—79)

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 2 моль/дм³ раствор.

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

Никель по ГОСТ 849—70.

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.

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 раз- бавления. см ³
От 0,05 до 0,1 включ.	1	100	—	—	—
Св. 0,1 до 0,5 »	1	100	10	10	100
» 0,5 » 2,5 »	0,5	250	10	10	100

(Продолжение см. с. 62)

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 допусковых 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—78, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или гравиметрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086—87».