

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ****Методы определения никеля****ГОСТ****1652.11—77**

Copper-zinc alloys.

Methods for the determination of nickel

(ИСО 4742—84)

ОКСТУ 1709

**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 виници или лимонной кислоты диметилглиоксимом в виде нерастворимого внутримолекулярного 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.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4 и 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 9 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний азотнокислый, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак-водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

(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<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1 и 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Растворение проводят при нагревании. Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>, добавляют 8 см<sup>3</sup> прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 1652.1.

Электролит переносят в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и растворяют в 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> водой, прибавляют 7 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 1652.1. Электролит переводят в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> и разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup>.

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

энергичном перемешивании добавляют 20—25 см<sup>3</sup> спиртового раствора диметилглиоксими и 2—3 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 9 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты в стакане, где проводилось осаждение. Фильтр промывают горячей водой. Раствор разбавляют горячей водой до 200 см<sup>3</sup>. Осаждение никеля повторяют, прибавляя 10 см<sup>3</sup> раствора винной или лимонной кислоты, нейтрализуют аммиаком до pH 4—5, прибавляют 10 см<sup>3</sup> спиртового раствора диметилглиоксими и 2—3 см<sup>3</sup> 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, %	<i>d</i> , %	<i>D</i> , %
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<sup>3</sup> раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:100.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Гидроксилимин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий серноватистокислый.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Фенолфталеин по ГОСТ 5851, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> в этиловом спирте.

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

Диметилглиоксим, спиртовой раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий виннокислый.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Водорода перекись по ГОСТ 10928.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>

Хлороформ.

Никель марки Н0.

Стандартный раствор никеля.

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и растворяют в 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. К раствору прибавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают почти досуха. Остаток растворяют в горячей воде с прибавлением 2—3 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть объемом 10 см<sup>3</sup> при массовой доле никеля до 0,2 % и 2 см<sup>3</sup> при массовой доле никеля выше 0,2 % помещают в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 25 см<sup>3</sup> и подщелачивают аммиаком, а затем снова подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:1. Затем добавляют 0,5 г виннокислого натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия и устанавливают pH раствора  $6,5 \pm 0,3$ , прибавляя раствор уксуснокислого натрия. Прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиамина до pH 6,5 по индикаторной бумаге. Затем добавляют 5 г серноватистокислого натрия, 0,5 г виннокислого натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиамина, встряхивая после добавления каждого реагента. После этого прибавляют 4 см<sup>3</sup> этанольного раствора диметилглиоксина и экстрагируют 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> хлороформа. Экстракты объединяют и реэкстрагируют никель 30 см<sup>3</sup> 5 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиамина, 2 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксимиа в этаноле и экстрагируют в течение 3 мин 20 см<sup>3</sup> хлороформа. Экстракт сливают в другую делительную воронку, а из оставшегося водного раствора повторяют экстракцию 10 см<sup>3</sup> хлороформа. Объединенные экстракты промывают 15 см<sup>3</sup> аммиака, разбавленного 1:100, в течение 2 мин. Промывание экстракта повторяют еще раз. К промытому хлороформному экстракту в делительной воронке прибавляют 5 см<sup>3</sup> щелочного раствора диметилглиоксимиа, 4 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония и взбалтывают в течение 5 мин. После разделения слоев органический слой удаляют, а водную fazу переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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 фотозлектроколориметре 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<sup>3</sup> 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 аликовтной 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<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг никеля.

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10—20 см<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

Таблица 3

Массовая доля никеля, %	Масса навески сплава, г	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>
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<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и раствор упаривают до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. После охлаждения добавляют 30 см<sup>3</sup> воды, остаток растворяют, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> смеси кислот и доливают водой до метки.

При массовой доле никеля от 0,5 до 7 % в восемь мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$C_2$  — концентрация никеля в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем мерной колбы для приготовления раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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*

### ISO 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 дистилированную воду или дезинфицированную воду.

4.1. Азотная кислота ( $\rho = 1,4 \text{ г}/\text{см}^3$ ).

4.2. Хлорная кислота ( $\rho = 1,67 \text{ г}/\text{см}^3$ ).

4.3. Бромистоводородная кислота ( $\rho = 1,38 \text{ г}/\text{см}^3$ ).

4.4. Раствор аммиака ( $\rho = 0,925 \text{ г}/\text{см}^3$ ).

4.5. Раствор азотной кислоты (1:1).

Смешивают 100 см<sup>3</sup> азотной кислоты ( $\rho = 1,4 \text{ г}/\text{дм}^3$ ) и 100 см<sup>3</sup> воды.

4.6. Сульфаминовая кислота, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

4.7. Лимонная кислота, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

4.8. Диметилглиоксимат натрия, раствор 25,9 г/дм<sup>3</sup>.

##### 5. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, с дополнением.

- 5.1. Стаканы вместимостью от 300 до 400 см<sup>3</sup>.
- 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<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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 °C 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<sup>3</sup> азотной кислоты и 10—15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> сульфаминовой кислоты к раствору и приблизительно 200 см<sup>3</sup> воды и проводят электролиз.

### 6.4. Осаджение никеля

6.4.1. Добавляют к электролиту 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 10 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и выпаривают раствор до выделения обильных белых паров. Охлаж-

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

6.4.2. При массовой доле никеля от 40 до 85 мг добавляют 44 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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:

- методику отбора проб;
- применимый метод анализа;
- полученные результаты и метод их расчета;
- все характерные особенности, замеченные при анализе;
- 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
<b>6. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия</b>	
<b>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)</b>	