

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Методы определения никеля

Lead-antimony alloys. Methods for the determination of nickel

ГОСТ

1293.13—83

[СТ СЭВ 3622—82]

ОКП 17 2532

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 703 срок действия установлен

с 01.01.84

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения массовой доли никеля от 0,0005 до 0,005% в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3622—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1293.0—83.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси азотной и винной кислот, распылении растворов в воздушно-ацетиленовое пламя и измерении величины поглощения линии никеля 232,0 нм.

2.2. Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$ — $6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм), в зависимости от используемой аппаратуры.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 400 г/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, перегнанная в кварцевом аппарате, или кислота азотная по ГОСТ 11125—78 и разбавленная 1:1 и 1:3.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—77, 20%-ный раствор.

Никель по ГОСТ 849—70.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление стандартных растворов никеля

Раствор А: 0,1 г никеля растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 100 мкг никеля.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 10 мкг никеля.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ вносят 2,5; 4; 6; 8 и 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,25; 0,4; 0,6; 0,8 и 1 мкг/см³ никеля. Во все колбы приливают по 10 см³ раствора винной кислоты, 25 см³ азотной кислоты (1:3) и 40 см³ раствора азотнокислого свинца, доводят до метки водой и перемешивают.

2.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ раствора винной кислоты, 35 см³ раствора азотной кислоты (1:3) и растворяют при нагревании. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Анализируемые и стандартные растворы распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют величину поглощения линий никеля 232,0 нм на атомно-абсорбционном спектрофотометре.

Условия измерения подбирают в соответствии с применяемым прибором. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора.

На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают в режиме «концентрация» и результат получают на табло, мкг/см³, или в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов», или по градуировочному графику.

На остальных спектрофотометрах работают в режиме «поглощение» с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показаний по стрелочному или цифровому прибору.

Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для анализируемого раствора и двух стандартных растворов, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для анализируемого раствора.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Если измерение проводят на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: C — концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см³; L — высота пика, мм.

При измерении величины поглощения линии определяемого элемента по стрелочному и цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: C — концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/см³; N — показания стрелочного или цифрового прибора.

Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где C_1 — концентрация никеля в анализируемом растворе, мкг/см³;
 C_2 — концентрация никеля в растворе контрольного опыта, мкг/см³;
 V — объем раствора сплава, см³;
 m — масса навески сплава, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P^1 = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля никеля, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|-------------------------|---------------------------------------|
| От 0,0005 до 0,0009 | 0,0002 |
| Св. 0,0009 » 0,002 | 0,0003 |
| » 0,002 » 0,005 | 0,0006 |

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте в присутствии виннокислого натрия, экстракции комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом хлороформом из аммиачного раствора. После реэкстракции соляной кислотой и окисления бромом измеряют оптическую плотность комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом при длине волны 445 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1 и 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,5 М раствор.

Натрий виннокислый по ГОСТ 3656—78, 20%-ный раствор.

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

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 0,1 %-ный раствор в растворе аммиака 1:1.

Хлороформ.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода бромная, насыщенная.

Никель по ГОСТ 849—70.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление стандартных растворов никеля.

Раствор А: 0,1 г никеля растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1:1) в стакане вместимостью 250 см³ и кипятят до полного удаления окислов азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг никеля.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг никеля.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 50 см³ наливают 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг никеля. В шестую колбу стандартный раствор никеля не вводят. Во все колбы прибавляют 0,5—1 см³ раствора виннокислого натрия и 1 см³ бромной воды. Через 10 мин приливают 5 см³ раствора аммиака (1:1), 5 см³ раствора диметилглиоксима, доводят водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 445 нм. Раствором сравнения служит вода.

По полученным значениям оптической плотности растворов (за вычетом оптической плотности раствора, в который не вводили стандартный раствор никеля) и соответствующим им содержаниям никеля строят градуировочный график.

3.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г при массовой доле никеля от 0,0005 до 0,001% или 1 г при массовой доле никеля от 0,001 до 0,005% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют соответственно в 30 или 15 см³ раствора азотной кислоты (1:2). Кипятят до полного удаления окислов азота. Прибавляют 15 см³ раствора виннокислого натрия и охлаждают. Переводят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см³. Раствором аммиака (1:1) доводят рН раствора до 8—9 по индикаторной бумаге, добавляют 2 см³ раствора диметилглиоксима, перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем раствор экстрагируют два раза, применяя каждый раз по 5 см³ хлороформа и встряхивая в течение 1 мин.

Объединенные экстракты промывают один раз 5 см³ раствора аммиака (1:50). Затем хлороформный экстракт реэкстрагируют два раза, применяя по 5 см³ раствора соляной кислоты и встряхивая каждый раз в течение 1 мин. Объединенные водные реэкстракты переводят количественно в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 0,5—1 см³ раствора виннокислого натрия, 1 см³ бромной воды и далее поступают как указано в п. 3.3.2.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массу никеля находят по градуировочному графику.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m_1 — масса никеля в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески сплава, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P^1=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Изменение № 1 ГОСТ 1293.13—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4206

Дата введения 01.07.88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.

Пункт 2.2. Заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84.

(Продолжение см. с. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1299.13—83)

Пункты 3.1, 3.3.2 после значения 445 нм дополнить словами: «на спектрофотометре или в области длин волн 440—455 нм на фотозлектроколориметре».

(ИУС № 2 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.13—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения никеля

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2925

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главгосинспекция «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 3622—82).

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 2.2. Шестой абзац. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор 200 г/дм³».

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить значение: 0,1 г на 0,1000 г.

Пункт 2.4. Первый абзац. Заменить значение: 5 г на 5,0000 г.

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции:

«2.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

| Массовая доля никеля, % | Предельное значение погрешности результатов анализа Δ , % | Расхождение результатов параллельных определений d , % | Расхождение результатов анализа D , % |
|----------------------------|--|--|---|
| От 0,0005 до 0,0010 включ. | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 |
| Св. 0,0010 » 0,0020 » | 0,0002 | 0,0003 | 0,0003 |
| » 0,0020 » 0,0050 » | 0,0004 | 0,0005 | 0,0005 |

(Продолжение см. с. 54)

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ , приведенных в таблице, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допусковых, результаты контроля точности положительные».

Пункт 3.2. Четвертый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 3656—78, 20 %-ный раствор» на «раствор 200 г/дм³»;

шестой абзац. Заменить слова: «0,1%-ный раствор» на «раствор 1 г/дм³».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить значение и слова: 0,1 г на 0,1000 г, «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить значения и слова: 2 г на 2,0000 г; 1 г на 1,0000 г; «окислов азота» на «оксидов азота».

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допусковых расхождений, приведенных в таблице.

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ , приведенных в таблице, при выполнении следующих условий. расхождение результатов параллельных определений не превышает допусковых, результаты контроля точности положительные».

(ИУС № 7 2001 г.)