

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ**Методы определения никеля****ГОСТ
15027.5—77**Non-tin bronze.
Methods for the determination of nickel

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод (при массовой доле никеля от 0,5% до 35%), фотометрический и атомно-абсорбционный методы (при массовой доле никеля от 0,05% до 7%) и экстракционно-фотометрический метод (при массовой доле никеля от 0,05% до 1%) в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе в присутствии винной или лимонной кислот диметилглиоксимом в виде нерастворимого внутрикомплексного соединения.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Титли фильтрующие по ГОСТ 23932 типов ТФ 3—20, 3—32.

Электролизная установка с платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

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

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 100 г/дм³.Аммоний хлористый по ГОСТ 2210, раствор 200 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 50 г/дм³.Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор 50 г/дм³.Бромтимоловый синий, спиртовой раствор 10 г/дм³.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951.

Раствор для промывания; готовят следующим образом: 10 г аммония виннокислого растворяют в воде, добавляют 1 см³ аммиака и доливают водой до 1000 см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 9 моль/дм³.Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 г/дм³.Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 400 г/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Диасетилдиоксим (диметилглиоксим) по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 и разбавленный 1:3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Для бронз, содержащих кремний

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 1а, помещают в платиновую чашку, прибавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 1 см³ фтористоводородной кислоты. Растворение проводят при нагревании. Затем прибавляют 5 см³ 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 появления белого дыма серной кислоты. Соли растворяют в воде и раствор переносят в стакан вместимостью 300 см³, разбавляют водой до 150 см³, добавляют 8 см³ прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1.

Электролит переносят в стакан вместимостью 600 см³, разбавляют водой до 200 см³ и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.2.

2.3.2. Для остальных бронз

Т а б л и ц а 1а

| Массовая доля никеля, % | Масса навески, г | Объем раствора навески, см ³ | Объем аликвотной части раствора, см ³ |
|-------------------------|------------------|---|--|
| От 0,5 до 3 | 1 | Весь | — |
| Св. 3 « 8 | 0,5 | Весь | — |
| « 8 « 12 | 1,0 | 250 | 50 |
| « 12 « 35 | 0,5 | 500 | 50 |

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 1а, помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После полного растворения пробы ополаскивают стенки стакана водой и удаляют окислы азота кипячением. Добавляют 50 см³ горячей воды, 20 см³ горячего раствора азотнокислого аммония и нагревают 10 мин. В случае выделения метаоловянной кислоты, осадок отфильтровывают и осадок на фильтре промывают 7—8 раз горячим раствором азотной кислоты, разбавленной 1:99.

Затем раствор разбавляют до 150 см³ водой и выделяют медь и свинец электролизом по ГОСТ 15027.1. При появлении во время электролиза розовой окраски (окисление марганца) добавляют по каплям раствор мочевины или сернокислого гидроксида до обесцвечивания раствора. Электролит или аликвотную часть раствора (см. табл. 1а) переносят в стакан вместимостью 600 см³ и разбавляют водой до 200 см³.

В раствор добавляют 10 см³ раствора винной кислоты, 25 см³ раствора хлористого аммония и нейтрализуют аммиаком до слабокислой реакции (рН 4—5) по универсальной индикаторной бумаге или добавляют несколько капель раствора бромтимолового синего и аммиак до щелочной реакции, а затем 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, 2—3 см³ аммиака до слабощелочной реакции и выдерживают на водяной бане 2 ч (можно оставить на ночь). Осадок отфильтровывают на предварительно взвешенный фильтрующий тигель при отсасывании. Осадок промывают три раза горячим раствором для промывки, шесть—восемь раз горячей водой и под конец два раза этиловым спиртом, разбавленным 1:3. Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при 110—120 °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 осадка диметилглиоксимата никеля, г;

0,2032 — коэффициент пересчета диметилглиоксимата никеля на никель;

m_1 — масса навески.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля никеля, % | d , % | D , % | Массовая доля никеля, % | d , % | D , % |
|-------------------------|---------|---------|-------------------------|---------|---------|
| От 0,05 до 0,10 | 0,010 | 0,02 | Св. 3,0 до 5,0 | 0,06 | 0,1 |
| Св. 0,10 » 0,25 | 0,012 | 0,03 | » 5,0 » 7,0 | 0,08 | 0,2 |
| » 0,25 » 0,5 | 0,02 | 0,05 | » 7,0 » 9,0 | 0,10 | 0,2 |
| » 0,5 » 1,0 | 0,04 | 0,1 | » 9,0 » 11,0 | 0,12 | 0,3 |
| » 1,0 » 3,0 | 0,05 | 0,1 | » 11,0 » 18,0 | 0,15 | 0,4 |
| | | | » 18,0 » 35,0 | 0,20 | 0,5 |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных гравиметрическим и атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании никелем окрашенного соединения с диметилглиоксимом в щелочной среде 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 серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Калий натрий винноокислый по ГОСТ 5845 (сегнетова соль), раствор 200 г/дм³.

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

Аммоний надсерниокислый по ГОСТ 20478, свежеприготовленный раствор 100 г/дм³.

Диацетилдиоксим (диметилглиоксим) по ГОСТ 5828, раствор 10 г/дм³ в растворе 2 моль/дм³ гидроокиси натрия.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,2 г никеля растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, 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.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:99.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 50 г/дм³.

Гидразин по ГОСТ 5841, раствор 50 г/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для бронз, содержащих кремний

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 1 см³ фтористоводородной кислоты. Растворение проводят при нагревании. Затем прибавляют 5 см³ 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 появления белого дыма серной кислоты. Соли растворяют водой и раствор переносят в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавляют водой до 50 см³ и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1.

Электролит переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки, перемешивают и далее проводят анализ, как указано в п. 3.3.2.

3.3.2. Для бронз всех остальных марок

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при медленном нагревании. После полного растворения пробы ополаскивают стенки стакана водой и удаляют окислы азота кипячением, добавляют 50 см³ горячей воды и 20 см³ горячего раствора азотнокислого аммония, нагревают 10 мин и в случае появления осадка метаоловянной кислоты его отфильтровывают на плотный фильтр и промывают осадок на фильтре горячей азотной кислотой, разбавленной 1:99, после чего осадок отбрасывают. Затем раствор разбавляют водой до 150 см³, при отсутствии свинца в сплаве прибавляют 7 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1. В присутствии свинца серную кислоту добавляют после выделения основной массы свинца электролизом. В случае появления розовой окраски в процессе электролиза (окисление марганца) добавляют по каплям раствор мочевины или сернокислого гидразина. Электролит переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доливают водой до метки.

В зависимости от содержания никеля в бронзе отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

| Массовая доля никеля, % | Объем аликвотной части раствора, см ³ | Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г |
|-------------------------|--|---|
| От 0,05 до 0,25 | 25 | 0,05 |
| Св. 0,25 * 0,5 | 10 | 0,02 |
| * 0,5 * 7,0 | 5 | 0,01 |

Аликвотную часть раствора (см. табл. 3) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20—25 см³ воды и последовательно приливают 10 см³ раствора сегнетовой соли, 15—20 см³ раствора гидроксида натрия, 10 см³ раствора надсернокислого аммония, 10 см³ раствора диметилглиоксима, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром в кювете 3 см (при массовой доле никеля до 1%), кювете 1 см (при массовой доле никеля свыше 1%) или на спектрофотометре при $\lambda = 434$ нм в кювете 1 см по отношению к раствору контрольного опыта.

Массовую долю никеля вычисляют по градуировочным графикам.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.3. Построение градуировочного графика

3.3.3.1. В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора Б никеля, разбавляют водой до 20—25 см³ и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.2.

3.3.3.2. В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см³ стандартного раствора А никеля, разбавляют водой до 20—25 см³ и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю никеля (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m - 100}{m_1},$$

где m — масса никеля, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

3.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным или гравиметрическим методами в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на экстрагировании желтоокрашенного комплекса диметилглиоксимата никеля хлороформом и измерении оптической плотности экстракта.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 10 г/дм³.

Натрий серноватистокислый, раствор 200 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 200 г/дм³.

Натрий виннокислый кислый по ГОСТ 5837, раствор 100 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Диацетилдиоксим (диметилглиоксим) по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм³.

Комплексообразующий раствор: готовят следующим образом: смешивают 240 см³ раствора виннокислого кислого натрия, 480 см³ раствора уксуснокислого натрия и 200 см³ раствора серноватистокислого натрия.

Натрий сернистый безводный по ГОСТ 4166.

Хлороформ.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 1 г никеля растворяют в стакане вместимостью 250—300 см³ в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см³ перекиси водорода, добавленной небольшими порциями, когда проба полностью растворится, кипятят 1 мин для разложения избытка перекиси водорода, охлаждают, и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г никеля.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г никеля.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см³ перекиси водорода, добавляемой небольшими порциями. Когда проба растворится полностью, раствор кипятят 1 мин для разложения избытка

перекиси водорода. Затем переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть 10 см³ (при массовой доле никеля до 0,5%) или 5 см³ (при массовой доле никеля от 0,5% до 1%) помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, разбавляют водой до 25 см³ и раствор подщелачивают аммиаком, а затем снова подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до pH 6,5 по индикаторной бумаге. Затем добавляют 5 см³ раствора гидроксилamina и 50 см³ комплексообразующего раствора, встряхивая после добавления каждого реактива. После этого прибавляют 3 см³ раствора диметилглиоксима, встряхивают 60 с, приливают 20 см³ хлороформа и экстрагируют в течение 40 с. После разделения фаз окрашенный в желтый цвет раствор хлороформа переносят в колбу вместимостью 50 см³, содержащую 0,2 г безводного сернистого натрия, а из водного раствора повторяют экстракцию 10 см³ хлороформа. Колбу с объединенным экстрактом доливают до метки хлороформом, закрывают пробкой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 360 нм в кювете длиной 1 см или на фотоэлектроколориметре при длине волны 413 нм в кювете длиной 2 см. Раствором сравнения служит хлороформный слой контрольного опыта.

Содержание никеля вычисляют по градуировочному графику.

4.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки наливают последовательно 0; 1; 2; 3; 4; 5 и 6 см³ стандартного раствора Б, прибавляют аммиак до щелочной реакции и затем анализ ведут как указано в п. 4.3.1.

Раствором сравнения служит экстракт, полученный без добавления стандартного раствора никеля.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю никеля (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса никеля, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допусковых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 3.4.4.

4.4.3, 4.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами никеля, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен—воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для никеля.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 3:2 и 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 2 и 1 моль/дм³.

Смесь кислот; готовят следующим образом: один объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Никель по ГОСТ 849 с массовой долей никеля не менее 99,9%.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г никеля растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 3:2, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г никеля.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Для бронз с массовой долей кремния до 0,05%.

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 5, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают стенки стакана раствором 1 моль/дм³ соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой. При массовой доле никеля свыше 0,25% 10 см³ раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5) и доливают до метки раствором 1 моль/дм³ соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию никеля в пламени ацетилен—воздух при длине волны 232,0 или 341,5 нм параллельно с градуировочными растворами.

Таблица 5

| Массовая доля никеля, % | Масса навески пробы, г | 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 0,25 | 1 | — | — | 100 |
| Св. 0,25 * 1,5 | 1 | 10 | 10 | 100 |
| * 1,5 * 7,0 | 0,5 | 10 | 25 | 250 |

5.3.2. Для бронз, с массовой долей кремния свыше 0,05%

Навеску бронзы массой, указанной в табл. 5, помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см³ фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют в воде при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле никеля свыше 0,25% 10 см³ раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5), добавляют раствор 2 моль/дм³ соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию никеля, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. Построение градуировочного графика

В двенадцать из тринадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; и 8,0 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 5,0, и 6,0 см³ стандартного раствора А. Во все колбы добавляют по 10 см³ раствора 2 моль/дм³ соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию никеля, как указано в п. 5.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю никеля (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация никеля, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора пробы, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 2.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим или гравиметрическим методами в соответствии с ГОСТ 25086.

5.4.3, 5.4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.5—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1535—79. Стандарт соответствует ИСО 4742—84 в части бронз безоловянных

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта, подпункта |
|---|----------------------------------|---|----------------------------------|
| ГОСТ 8.315—97 | 2.4.4.1, 3.4.4.1 | ГОСТ 5828—77 | 2.2, 3.2, 4.2 |
| ГОСТ 199—78 | 2.2, 4.2 | ГОСТ 5837—78 | 4.2 |
| ГОСТ 493—79 | Вводная часть | ГОСТ 5841—74 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 614—97 | Вводная часть | ГОСТ 5845—79 | 3.2 |
| ГОСТ 849—97 | 3.2, 4.2, 5.2 | ГОСТ 6563—75 | 2.2 |
| ГОСТ 2210—73 | 2.2 | ГОСТ 6691—77 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2, 4.2, 5.2 | ГОСТ 10484—78 | 2.2, 3.2, 5.2 |
| ГОСТ 3652—69 | 2.2, | ГОСТ 10929—76 | 4.2 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2, 4.2 | ГОСТ 10527.1—77 | 2.3.1, 2.3.2, 3.3.1, 3.3.2 |
| ГОСТ 4166—76 | 4.2 | ГОСТ 18175—78 | Вводная часть |
| ГОСТ 4204—77 | 2.2, 3.2, 5.2 | ГОСТ 18300—87 | 2.2, 4.2 |
| ГОСТ 4328—77 | 3.2, 4.2 | ГОСТ 20478—75 | 3.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2, 3.2, 4.2, 5.2 | ГОСТ 22867—77 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 4951—79 | 2.2 | ГОСТ 23932—90 | 2.2 |
| ГОСТ 5456—79 | 4.2 | ГОСТ 25086—87 | 1.1, 2.4.4, 3.4.4, 5.4.4 |
| ГОСТ 5817—77 | 2.2 | | |

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)