Изменение № 2 ГОСТ 23859.6—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 724

Дата введения 01.10.90

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения никеля (при массовой доле никеля от 0,005 до 0,9 %) и титриметрический метод определения никеля (при массовой доле никеля от 0,4 до 0,9 %) в жаропрочных медных сплавах».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Стандарт дополнить абзацами (перед разд. 2):

«Фотометрический метод определения никеля

Метод основан на образовании никелем окрашенного соединения с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя и измерении оптической плотности окрашенного раствора».

Пункт 3.1. Таблицу изложить в новой редакции:

Массовая доля никеля, %	Объем аликвотной части, отобранной для анализа, см³	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,005 до 0,2 включ.	20	0,2
Св. 0,2 » 0,9 »	5	0,05

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,002+0,05X,$$

где X — массовая доля никеля в сплаве, %».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3, 4.4: «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, вычисленных по формуле

$$D=0,003+0,07X,$$

где X — массовая доля никеля в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделами — 5—7:

«Титриметрический метод определения никеля

Метод основан на осаждении никеля в аммиачном растворе диметилглиоксимом в виде малорастворимого внутрикомплексного соединения в присутствии лимонной или винной кислоты и определении никеля комплексонометрическим титрованием с эриохром черным Т или с мурексидом в качестве индикаторов.

5. Реактивы и растворы

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

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

Смесь кислот для растворения: смешивают одну часть концентрированной азотной кислоты и три части концентрированной соляной кислоты.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 100 г/дм³.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, спиртовой раствор 10 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73; 0,02 моль/дм³ раствор: 7,44 г трилона Б растворяют в 500 см³ воды, раствор помещают в мерную колбу 1 дм³ и доливают до метки водой.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм³.

Метиловый красный индикатор, спиртовой раствор 1 г/дм³.

Эриохром черный Т, насыщенный водный раствор.

Буферный раствор с pH 10: к 570 см³ раствора аммиака добавляют 70 г хлористого аммония и разбавляют до 1 см³ водой.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523—77, 0,02 моль/дм³ раствор: 4,93 г сернокислого магния растворяют в 500 см³ воды, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

Мурексид, смесь с хлористым натрием 1:100.

Никель марки НО по ГОСТ 849—70.

Стандартный раствор никеля: 1 г никеля растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 20 см³ соляной кислоты (1:1) и 10 см³ перекиси водорода, добавленной небольшими порциями. После растворения раствор кипятят 1 мин для разложения избытка перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г никеля.

5.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по никелю

В стакан или колбу вместимостью 500 см³ помещают 10 см³ стандартного раствора никеля, разбавляют водой до объема 160—170 см³ и далее поступают, как указано в п. 6.1 или 6.2.

5.2. Массовую концентрацию раствора трилона Б (Т), выраженную в граммах никеля на 1 см³ раствора для титрования по п. 6.1 вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V - V_1 \cdot K},$$

где m — масса никеля в аликвотной части, взятой на титрование, г;

V — объем раствора трилона Б, массовая концентрация которого устанавливается, см³;

V_1 — объем раствора сернокислого магния, израсходованного на титрование трилона Б, см³;

K — поправочный коэффициент к массовой концентрации раствора трилона Б.

5.3. Установка поправочного коэффициента к массовой концентрации раствора трилона Б (К)

В стакан или колбу вместимостью 500 см³ отмеряют из бюретки 10 см³ раствора трилона Б, добавляют 100—120 см³ воды, 2—3 капли метилового красного, 1 каплю раствора гидроокиси натрия, 4 см³ буферного раствора, 4—5 капель эриохром черного Т, воды до 200 см³ и титруют раствором сернокислого магния до перехода сине-зеленой окраски в розово-сиреневую.

Поправочный коэффициент (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_2}{V_3},$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, взятый на титрование, см³;

V_3 — объем раствора сернокислого магния, израсходованный на титрование, см³.

5.4. Массовую концентрацию раствора трилона Б (T), выраженную в граммах никеля на 1 см³, для титрования по п. 6.2 вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса никеля в аликвотной части, взятой на титрование, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

Примечание. Допускается устанавливать массовую концентрацию трилона Б по никелю и по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз.

6. Проведение анализа

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 40 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании. По растворении навески добавляют 30 см³ серной кислоты (1:1) и раствор упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, осторожно добавляют 5 см³ азотной кислоты (1:1), разбавляют водой до 150 см³ и проводят электролиз по ГОСТ 23859.1—79. По окончании электролиза электроды обмывают небольшим количеством воды над электролитом. Нагревают стакан с раствором (~ до 30 °С), добавляют 5 см³ раствора винной (лимонной) кислоты и нейтрализуют раствором аммиака до слабощелочной среды (pH 10) по универсальной индикаторной бумаге и 2—3 капли в избыток. Затем добавляют 5—6 см³ раствора диметилглиоксима, выдерживают на теплой бане 10 мин, добавляют для лучшего сворачивания 1 г сернокислого аммония. Раствор с осадком охлаждают, осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 8 раз горячей водой с добавлением 5 см³ аммиака на 1 дм³ воды и под конец 2 раза горячей водой, перемешивая осадок струей воды из промывалки.

6.1. Титрование с индикатором эриохром черным Т

Осадок с фильтра смывают водой в стакан, в котором проводилось осаждение, растворяют в 10 см³ горячей соляной кислоты (1:1), фильтр промывают 2—3 раза горячей водой и фильтр отбрасывают. Раствор с осадком нагревают до полного растворения. Охлаждают раствор до комнатной температуры, добавляют воды до 160—170 см³, 15 см³ раствора трилона Б, 2—3 капли метилового красного и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия, добавляя последний из бюретки в конце нейтрализации по каплям до перехода розовой окраски в желтую. Добавляют 4 см³ буферного раствора, 5 капель раствора эриохром черного Т, разбавляют водой до 200 см³ и титруют раствором сернокислого магния до перехода окраски сине-зеленой в розово-сиреневую.

6.2. Титрование с индикатором мурексид

Осадок растворяют на фильтре в 20—25 см³ горячей азотной кислоты (1:1) в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор кипятят 8—10 мин до растворения диметилглиоксимата никеля, охлаждают, разбавляют водой до 160—170 см³, добавляют раствор аммиака до запаха (слабо-щелочная среда), 0,01 г мурексида и титруют раствором трилона Б до перехода желтой окраски раствора в красно-фиолетовую.

7. Обработка результатов

7.1. Массовую долю никеля (X_1) в процентах при титровании по п. 6.1 вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_4 - V_5 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V_4 — объем раствора трилона Б, взятый на титрование, см³;

V_5 — объем раствора сернокислого магния, израсходованный на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б по никелю, г/см³;

T — массовая концентрация раствора трилона Б по никелю, г/см³;

m — масса навески сплава, г.

7.2. Массовую долю никеля (X_2) в процентах при титровании по п. 6.2 вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_6 \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V_6 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора трилона Б по никелю, г/см³;

m — масса навески сплава, г.

7.3. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости) 0.04 %.

7.4. 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 0,06 %.

7.5. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или сравнением результатов, полученных фотометрическим или атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 7 1990 г.)