

## БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

## Методы определения никеля

ГОСТ  
15027.5—77Non-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 внутрикислотного соединения.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли 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/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 2210, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

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

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951.

Раствор для промывания; готовят следующим образом: 10 г аммония виннокислого растворяют в воде, добавляют 1 см<sup>3</sup> аммиака и доливают водой до 1000 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 400 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.

Диацетилдиоксим (диметилглиоксим) по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

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 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 появления белого дыма серной кислоты. Соли растворяют в воде и 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 15027.1.

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 остальных бронз

Таблица 1а

Массовая доля никеля, %	Масса навески, г	Объем раствора навески, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>
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 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. Добавляют 50 см<sup>3</sup> горячей воды, 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 гидразина до обесцвечивания раствора. Электролит или аликвотную часть раствора (см. табл. 1а) переносят в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> и разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup>.

В раствор добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> спиртового раствора диметилглиоксима, 5 г уксуснокислого натрия, 2—3 см<sup>3</sup> 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.

### С. 3 ГОСТ 15027.5—77

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

Т а б л и ц а 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 безоловянистых 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 виннокислый по ГОСТ 5845 (сегнетова соль), раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 2 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Аммоний надсернический по ГОСТ 20478, свежеприготовленный раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Диацетилдиоксим (диметилглиоксим) по ГОСТ 5828, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> в растворе 2 моль/дм<sup>3</sup> гидроокиси натрия.

Никель марки Н0 по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,2 г никеля растворяют в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0002 г никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 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 0,00002 г никеля.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

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

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Гидразин по ГОСТ 5841, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

**(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 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 появления белого дыма серной кислоты. Соли растворяют водой и раствор переносят в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup> и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1.

Электролит переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, при медленном нагревании. После полного растворения пробы ополаскивают стенки стакана водой и удаляют окислы азота кипячением, добавляют 50 см<sup>3</sup> горячей воды и 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, при отсутствии свинца в сплаве прибавляют 7 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	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 см<sup>3</sup>, добавляют 20—25 см<sup>3</sup> воды и последовательно приливают 10 см<sup>3</sup> раствора сегнетовой соли, 15—20 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония, 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б никеля, разбавляют водой до 20—25 см<sup>3</sup> и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.2.

3.3.3.2. В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора А никеля, разбавляют водой до 20—25 см<sup>3</sup> 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

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

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/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий серноватистокислый, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий виннокислый кислый по ГОСТ 5837, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Диацетилдиоксим (диметилглиоксим) по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Комплексообразующий раствор; готовят следующим образом: смешивают 240 см<sup>3</sup> раствора виннокислого кислого натрия, 480 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия и 200 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия.

Натрий сернокислый 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 см<sup>3</sup> в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 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, добавляемой небольшими порциями. Когда проба растворится полностью, раствор кипятят 1 мин для разложения избытка

перекиси водорода. Затем переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть 10 см<sup>3</sup> (при массовой доле никеля до 0,5%) или 5 см<sup>3</sup> (при массовой доле никеля от 0,5% до 1%) помещают в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 25 см<sup>3</sup> и раствор подщелачивают аммиаком, а затем снова подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до pH 6,5 по индикаторной бумаге. Затем добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина и 50 см<sup>3</sup> комплексообразующего раствора, встряхивая после добавления каждого реактива. После этого прибавляют 3 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима, встряхивают 60 с, приливают 20 см<sup>3</sup> хлороформа и экстрагируют в течение 40 с. После разделения фаз окрашенный в желтый цвет раствор хлороформа переносят в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, содержащую 0,2 г безводного сернокислого натрия, а из водного раствора повторяют экстракцию 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 алиquotной 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/дм<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 3:2, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0005 г никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и доливают водой до метки.

## С. 7 ГОСТ 15027.5—77

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, ополаскивают стенки стакана раствором 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой. При массовой доле никеля свыше 0,25% 10 см<sup>3</sup> раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5) и доливают до метки раствором 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты.

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

Т а б л и ц а 5

Массовая доля никеля, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Объем 2 моль/дм <sup>3</sup> раствора соляной кислоты, см <sup>3</sup>	Объем раствора после разбавления, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. При массовой доле никеля свыше 0,25% 10 см<sup>3</sup> раствора переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 5), добавляют раствор 2 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; и 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б и 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 5,0, и 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А. Во все колбы добавляют по 10 см<sup>3</sup> раствора 2 моль/дм<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем конечного раствора пробы, см<sup>3</sup>;

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

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — показатель сходимости) не должны превышать допусковых 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)