ГОСТ 12352—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

Издание официальное

БЗ 8—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.14:546.74.06:006.354 Группа В39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения никеля

Steels alloyed and highalloyed.
Methods for the determination of nickel

ГОСТ 12352—81*

Взамен ГОСТ 12352—66 в части разд. 2, 3

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.04.81 № 1997 дата введения установлена

01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт устанавливает методы определения никеля: фотометрический (при массовой доле от 0,01 до 4,0 %), гравиметрический (при массовой доле от 0,5 до 45,0 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,1 до 15,0 %) в легированных и высоколегированных сталях.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 962—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473—90.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

2.1. Определение никеля (0,01—0,5 %) в сталях с массовой долей меди до 1 %, кобальта до 1 % и марганца до 2 %.

2.1.1. *Сущность метода*

Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в аммиачной среде в присутствии бромистого и бромноватокислого калия и измерении светопоглощения раствора при длине волны 530 нм.

2.1.2. *Аппаратура и реактивы*

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1:5.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 100 г/дм^3.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74.

Раствор бромистого и бромноватокислого калия: 39 г бромистого калия и 10 г бромноватокислого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 3:2.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—87.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор 10 г/дм^3: 10 г диметилглиоксима растворяют в

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

**Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают; перед употреблением раствор фильтруют.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79.

Никель металлический по ГОСТ 849—97.

Никель сернокислый, стандартный раствор: 0,1 г металлического никеля растворяют в 15—20 см³ азотной кислоты, приливают 30 см³ серной кислоты (1:5), выпаривают до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Соли растворяют в 100—150 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г никеля.

2.1.3. *Проведение анализа*

Навеску стали 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, растворяют при нагревании в 30 см³ серной кислоты (1:5) и окисляют азотной кислотой, прибавляя ее по каплям. Если сталь не растворяется в серной кислоте (1:5), навеску растворяют в 30 см³ смеси кислот. Затем приливают 30 см³ серной кислоты (1:5) и раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. После охлаждения соли растворяют в 100—120 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в колбу вместимостью 250 см³, отбрасывая две первые порции фильтрата. Две аликвотные части раствора по 25 см³ помещают в мерные колбы вместимостью 100 см³ и при постоянном перемешивании последовательно приливают в каждую мерную колбу 20 см³ раствора лимонной кислоты, 5 см³ соляной кислоты (1:4), 10 см³ раствора бромистого и бромноватокислого калия и через 2—3 мин 25 см³ раствора аммиака (3:2). Растворы перемешивают и немедленно охлаждают до 20 °С.

В одну из колб приливают 1 см³ раствора диметилглиоксима, в другую колбу приливают 1 см³ этилового спирта. Растворы доливают до метки водой и тщательно перемешивают. В течение 25 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 530—550 нм. Толщину поглощающего свет слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить оптимальную абсорбцию света, оптимальное значение оптической плотности.

В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую все реактивы, кроме диметилглиоксима.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу никеля находят по градуировочному графику.

2.1.4. *Построение градуировочного графика*

Для сталей с массовой долей от 0,01 до 0,05 % никеля в шесть стаканов вместимостью 200—250 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или по 0,5 г стали, близкой по составу к анализируемой, не содержащей никель, и приливают последовательно 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора никеля и далее анализ проводят как указано в п. 2.1.3.

Для сталей с массовой долей от 0,05 до 0,5 % никеля в пять стаканов вместимостью 200—250 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или по 0,5 г стали, близкой по составу к анализируемой, не содержащей никель, и приливают последовательно 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 см³ стандартного раствора никеля и далее анализ проводят как указано в п. 2.1.3.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим им значениям массы никеля строят градуировочный график.

2.1.2—2.1.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2. Определение никеля (0,1—4,0 %) в сталях с массовой долей меди до 2 %, кобальта до 1,5 % и марганца до 2 %

2.2.1. *Сущность метода*

Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя надсернокислого аммония и измерении светопоглощения раствора при длине волны 440 нм.

2.2.2. *Аппаратура и реактивы*

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Калий-натрий винокислый (4-водный) по ГОСТ 5845—79, раствор 200 г/дм³.

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, раствор 50 г/дм³.

Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) по ГОСТ 20478—75, раствор 100 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор 10 г/дм³ в растворе 50 г/дм³ гидрата окиси натрия: 10 г диметилглиоксима растворяют в 500 см³ раствора 50 г/дм³ гидрата окиси натрия. Полученный раствор разбавляют до 1 дм³ раствором 50 г/дм³ гидрата окиси натрия; перед употреблением раствор фильтруют.

Остальные реактивы и растворы — по п. 2.1.2.

2.2.3. *Проведение анализа*

Навеску массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, растворяют при нагревании в 30 см³ серной кислоты (1:5) и окисляют азотной кислотой, прибавляя ее по каплям. Если сталь не растворяется в серной кислоте (1:5), навеску растворяют в 30 см³ смеси кислот. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ при массовой доле никеля от 0,1 до 1,5 % или в мерную колбу вместимостью 200 см³ при массовой доле никеля свыше 1,5 % доливают до метки водой, перемешивают и отфильтровывают через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Две аликвотные части раствора по 10 см³ помещают в мерные колбы вместимостью 100 см³, добавляют 20—30 см³ воды и 2—3 капли азотной кислоты. Далее, при постоянном перемешивании, в каждую колбу приливают 10 см³ раствора сегнетовой соли, 20 см³ раствора гидрата окиси натрия и 10 см³ надсернокислого аммония. Через 0,5—1 мин в одну из колб приливают 10 см³ раствора диметилглиоксима, в другую колбу приливают 10 см³ гидрата окиси натрия и оставляют на 2—3 мин.

Растворы охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 440 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 420—460 нм. Толщину поглощающего свет слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить оптимальную абсорбцию света, оптимальное значение оптической плотности.

В качестве раствора сравнения используют соответствующую аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую все реактивы, кроме диметилглиоксима.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу никеля находят по градуировочному графику.

2.2.4. В шесть стаканов вместимостью 200—250 см³ помещают по 0,1 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей никель. В пять стаканов приливают последовательно 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора никеля и далее анализ проводят как указано в п. 2.2.3.

В качестве раствора сравнения используют раствор железа или стали в шестом стакане, в который вводят все реактивы за исключением стандартного раствора никеля.

По найденной оптической плотности и соответствующим им массам никеля строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100;$$

где m_1 — масса никеля в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

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

2.2.2—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении никеля спиртовым раствором диметилглиоксима в слабоаммиачной среде, высушивании полученного осадка диметилглиоксимата никеля при (120±5) °С и взвешивании.

3.2. Реактивы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:10, 1:1000.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1:1, 1:4.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 500 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, насыщенный раствор.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 200 г/дм³.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522—74, раствор 50 г/дм³.

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, раствор 50 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, этанольный раствор 10 г/дм³: 10 г диметилглиоксима растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают; перед употреблением раствор фильтруют.

10 см³ раствора достаточно для осаждения 0,025 г никеля.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—87 и разбавленный 1:3.

Тиоацетамид, раствор 20 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Индикатор универсальный, бумага.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Массу навески стали в зависимости от содержания никеля определяют по табл. 2.

Таблица 2*

Массовая доля никеля,%	Масса навески,г
От 0,50 до 2,00	2
Св. 2,00 » 4,00	1
» 4,00 » 10,0	0,5
» 10,0 » 30,0	0,2
» 30,0 » 45,0	0,1

3.3.2. *Определение никеля в сталях с массовой долей до 0,50 % меди и не содержащих кобальт и вольфрам*

Навеску стали помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 25—30 см³ соляной кислоты, окисляют 5—7 см³ азотной кислоты, добавляя ее по каплям, и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты (1:1), выпаривают досуха и выдерживают не менее 1 ч при 130 °С.

3.3.2.1. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1), нагревают до растворения солей, прибавляют 100—150 см³ горячей воды, нагревают до кипения и сразу фильтруют через фильтр «белая лента». Фильтр с осадком три раза промывают горячей соляной кислотой (1:10) и затем горячей соляной кислотой (1:1000) до полного удаления ионов железа (контроль проводят по реакции с роданистым аммонием). Полученный основной фильтрат сохраняют для дальнейшего хода анализа.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и сжигают. К осадку в тигле добавляют 2—5 см³ фтористоводородной кислоты и 0,5 см³ серной кислоты (1:1), упаривают до удаления паров серной кислоты, остаток сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия. Плав выщелачивают горячей водой в стакане, добавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1) и раствор фильтруют через фильтр «белая лента». Осадок промывают 2—3 раза теплой водой. Фильтр отбрасывают, фильтрат присоединяют к основному фильтрату.

3.3.2.2. К объединенному фильтрату прибавляют 40 см³ раствора винной кислоты и аммиак до pH 8—9 (здесь и далее контроль pH ведут по универсальному индикатору). Раствор разбавляют водой до объема 400 см³, подкисляют соляной кислотой (1:4) до pH 4—6, подогревают до 50 °С, прибавляют 25—30 см³ раствора диметилглиоксима и при постоянном перемешивании аммиак до pH 8—9. После отстаивания осадка проверяют полноту осаждения никеля добавлением раствора диметилглиоксима. Раствор с осадком оставляют стоять не менее 1 ч при 40—60 °С. Затем осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают горячей водой до полного удаления ионов железа. Осадок на фильтре растворяют горячей соляной кислотой (1:1), фильтр промывают горячей водой. Раствор разбавляют водой до объема 400 см³ и повторяют осаждение никеля, добавляя 5—15 см³ раствора винной кислоты, 10—25 см³ раствора диметилглиоксима и аммиак до pH 8—9. Раствор с осадком оставляют стоять в течение 1 ч при 40—60 °С. Осадок отфильтровывают через высушенный при (120±5) °С до постоянной массы и взвешенный стеклянный фильтрующий тигель № 3, промывают теплой водой и 3—4 раза этиловым спиртом (1:3).

Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при температуре (120±5) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.3.3. *Определение никеля в сталях, содержащих кобальт, с массовой долей меди до 0,50 % и не содержащих вольфрам*

Навеску стали растворяют в 25—50 см³ соляной кислоты и до получения объединенного фильтрата определение проводят по п. 3.3.2.

3.3.3.1. К объединенному фильтрату прибавляют 20—25 см³ насыщенного раствора хлористого аммония, 20—40 см³ раствора винной кислоты, аммиак до pH 9—10 и затем добавляют 5 см³ аммиака в избыток. К

*Табл. 1. **(Исключена, Изм. № 1).**

раствору приливают 20 см³ раствора надсернокислого аммония, кипятят в течение 10—12 мин, после охлаждения разбавляют водой до объема 400 см³ и прибавляют соляную кислоту (1:4) до pH 4—6.

Раствор нагревают до 50 °С, приливают 25—50 см³ раствора диметилглиоксима и при постоянном перемешивании раствор аммиака до pH 8—9. После прекращения выпадения осадка добавляют еще 30—40 см³ раствора диметилглиоксима для образования растворимой соли глиоксимата кобальта. Раствор с осадком оставляют стоять при 40—60 °С в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 5—6 раз теплой водой до полного удаления ионов железа. Осадок растворяют на фильтре раствором горячей соляной кислоты (1:1), фильтр промывают 5—7 раз горячей водой, собирая фильтрат в стакан, в котором проводилось осаждение. К раствору приливают 10—20 см³ насыщенного раствора хлористого аммония, 5 см³ винной кислоты, раствор аммиака до pH 9—10, разбавляют водой до 350—400 см³ и приливают соляную кислоту (1:4) до pH 4—6. Раствор нагревают до 50 °С, приливают 25—30 см³ раствора диметилглиоксима и при постоянном перемешивании раствор аммиака до pH 8—9. После прекращения выпадения осадка добавляют 10—20 см³ раствора диметилглиоксима. Раствор с осадком оставляют стоять при 40—60 °С в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают через высушенный при (120±5) °С до постоянной массы и взвешенный стеклянный фильтрующий тигель № 3, промывают теплой водой и 3—4 раза этиловым спиртом (1:3). Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при (120±5) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.3.4. *Определение никеля в сталях, содержащих вольфрам, с массовой долей меди до 0,50 % и не содержащих кобальт*

Навеску стали помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты и окисляют 5—7 см³ азотной кислоты, добавляя ее по каплям.

Раствор с осадком нагревают до 50 °С, через 5 мин разбавляют горячей водой до 200—300 см³, кипятят и фильтруют через фильтр «синяя лента». Осадок промывают 5—7 раз горячей соляной кислотой (1:10). Фильтрат (основной) сохраняют.

Осадок вольфрамовой кислоты на фильтре растворяют 50 см³ горячего раствора гидрата окиси натрия и фильтр промывают 5—7 раз горячей водой. Раствор отбрасывают.

Фильтр промывают 5—7 раз горячей соляной кислотой (1:1), присоединяя промывные воды к основному фильтрату. Фильтр отбрасывают.

Полученный раствор выпаривают досуха, остаток смачивают соляной кислотой, выпаривают досуха и выдерживают не менее 1 ч при 130 °С, далее анализ проводят как указано в п. 3.3.2.1.

3.3.5. *Определение никеля в сталях, с массовой долей меди свыше 0,50 % и не содержащих кобальт и вольфрам*

Навеску стали помещают в стакан вместимостью 400—500 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты, окисляют 5—7 см³ азотной кислоты, добавляя ее по каплям. К раствору приливают 30 см³ серной кислоты (1:4) и выпаривают до паров серной кислоты. Раствор охлаждают, разбавляют водой до объема 150—200 см³, приливают 30—40 см³ раствора тиоацетамида и кипятят до полной коагуляции осадка. Через 5—10 мин осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 7—8 раз горячей водой. К фильтрату приливают 5 см³ надсернокислого аммония, кипятят до разложения тиоацетамида и избытка надсернокислого аммония. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» и далее анализ проводят как указано в п. 3.3.2.2.

3.3.6. *Определение никеля в сталях, содержащих вольфрам, медь и кобальт*

Навеску стали помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты, окисляют 5—7 см³ азотной кислоты, добавляя ее по каплям. Раствор с осадком нагревают до 50 °С, через 5 мин разбавляют горячей водой до 200—300 см³, кипятят и фильтруют через фильтр «синяя лента». Осадок промывают 5—7 раз горячей соляной кислотой (1:10). Фильтрат выпаривают досуха. Остаток смачивают соляной кислотой, выпаривают досуха и выдерживают не менее 1 ч при 130 °С. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1) и до получения объединенного фильтрата определение проводят по п. 3.3.2. К объединенному фильтрату прибавляют 30 см³ серной кислоты (1:4) и выпаривают до появления паров серной кислоты, далее анализ проводят по п. 3.3.5 до разложения тиоацетамида и избытка надсернокислого аммония. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента», промывают 4—6 раз горячей водой, прибавляют 20—30 см³ соляной кислоты и заканчивают анализ по п. 3.3.3.1.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}2032}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса осадка диметилглиоксимата никеля в анализируемой пробе, г;
m_2 — масса осадка диметилглиоксимата никеля в контрольном опыте, г;
m — масса навески стали, г;
0,2032 — коэффициент пересчета с диметилглиоксимата никеля на никель.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения резонансного излучения свободными атомами никеля, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух—ацетилен.

4.2. Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения никеля.

Баллон с ацетиленом.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха или баллон со сжатым воздухом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Никель металлический по ГОСТ 849—97.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А. 0,5 г металлического никеля растворяют в 10 см^3 соляной и 10 см^3 азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г никеля.

Раствор Б. 20 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают; готовят в день применения.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Подготовка прибора

Подготовку прибора проводят в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

Настраивают спектрофотометр на резонансную линию 232 нм или 341,5 нм в зависимости от содержания никеля в стали (табл. 3). После включения системы подачи газов и зажигания горелки распыляют воду в пламя и устанавливают нуль прибора.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. Массу навески стали в зависимости от содержания никеля определяют по табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля никеля,%	Масса навески,г	Аналитическая линия,нм
От 0,10 до 0,50	0,2	232
Св. 0,50 » 1,0	0,1	232
» 1,0 » 5,0	0,2	232
» 5,0 » 15,0	0,1	341,5

Навеску стали помещают в стакан вместимостью 100—150 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 соляной и 5—7 см^3 азотной кислот. Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 3—5 см^3 соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Часть раствора фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в коническую колбу, отбрасывая первые две порции фильтрата.

При массовой доле никеля в стали свыше 1 % аликвотную часть раствора 10 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 3—5 см^3 соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается другое разбавление растворов таким образом, чтобы окончательная концентрация никеля находилась в интервале, соответствующем прямолинейному участку градуировочного графика.

Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, а затем испытуемые растворы в порядке увеличения концентрации никеля до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки.

Из среднего значения абсорбции каждого из испытуемых растворов вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта. Содержание никеля находят по градуировочному графику.

4.4.2. *Построение градуировочного графика при массовой доле никеля в стали от 0,10 до 5,0 %*

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ приливают по 3—5 см³ соляной кислоты. В пять колб приливают последовательно 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б никеля. Шестую колбу используют для проведения контрольного опыта. Растворы доливают до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность поглощения при длине волны 232 нм. Растворы распыляют в пламя в порядке увеличения концентрации никеля, начиная с контрольного опыта. Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют воду.

Из среднего значения абсорбции каждого анализируемого раствора вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта. По найденным значениям абсорбции растворов и соответствующим массам никеля строят градуировочный график.

4.4.3. *Построение градуировочного графика при массовой доле никеля в стали от 5,0 до 15,0 %*

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ приливают по 3—5 см³ соляной кислоты. В пять колб последовательно приливают 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора А никеля. Шестую колбу используют для проведения контрольного опыта. Растворы доливают до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность поглощения при длине волны 341,5 нм. Растворы распыляют в пламя в порядке увеличения концентрации никеля, начиная с контрольного опыта. Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют воду.

Из среднего значения абсорбции каждого анализируемого раствора вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта. По найденным значениям абсорбции растворов и соответствующим массам никеля строят градуировочный график.

4.4.2, 4.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.5. Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески стали, соответствующая аликвотной части раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля никеля,%	Абсолютное допускаемое расхождение,%	Массовая доля никеля,%	Абсолютное допускаемое расхождение,%
От 0,01 до 0,02	0,006	От 1,00 до 2,00	0,06
Св. 0,02 » 0,05	0,008	» 2,00 » 4,00	0,08
» 0,05 » 0,10	0,01	» 4,00 » 8,00	0,12
» 0,10 » 0,20	0,02	» 8,00 » 15,00	0,16
» 0,20 » 0,50	0,03	» 15,00 » 25,00	0,20
» 0,50 » 1,00	0,05	» 25,00 » 45,00	0,25

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.99. Подписано в печать 17.03.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 1,05. Тираж 176 экз. С 2259. Зак. 227.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru