ГОСТ 11930.6—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.74.06:006.354 Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Методы определения никеля

Hard-facing materials.
Methods of nickel determination

ГОСТ 11930.6—79

Взамен ГОСТ 11930—66 в части разд. 5

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрические методы определения никеля в прутках для наплавки и порошках из сплавов для наплавки.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ (при массовой доле никеля от 1 до 5 %)

2.1. Сущность метода

Метод предназначен для анализа прутков и порошков для наплавки из сплавов на основе железа.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя. Интенсивность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметры марок ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20 %.

Конго красный.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845—79, раствор с массовой долей 20 %.

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

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор с массовой долей 1 %, готовят растворением навески реактива в растворе с массовой долей 5 % щелочи.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %.

Никель по ГОСТ 849—70* с содержанием никеля не менее 99,95 %.

---

* С 1 июля 2009 г. действует ГОСТ 849—2008.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

Стандартный раствор никеля А; готовят следующим образом: 0,1 г никеля растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ приготовленного раствора А содержит 0,0001 г никеля.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Никель определяют в фильтрате после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79. Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают 5—25 см³ анализируемого раствора в другую мерную колбу вместимостью 100 см³. В колбу приливают 10 см³ раствора с массовой долей 20 % сегнетовой соли, нейтрализуют по бумажке конго раствором с массовой долей 20 % щелочи и вводят 5 см³ щелочи в избыток. Прибавляют 5 см³ раствора с массовой долей 10 % персульфата аммония и 10 см³ раствора с массовой долей 1 % диметилглиоксима. После приливания каждого реактива содержимое колбы перемешивают, доливают водой до метки и снова перемешивают. Измеряют оптическую плотность окрашенных растворов через 10 мин на фотоэлектроколориметре (λ = 540 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Фоном для замера служит анализируемый раствор, не содержащий диметилглиоксима. Содержание никеля в граммах находят по градуировочному графику.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают от 1 до 8 см³ стандартного раствора никеля с интервалом 1 см³. Вводят 10 см³ раствора сегнетовой соли и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 200 \cdot 100}{Vm_1},$$

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

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 1,00 до 2,00 включ.	0,05	0,10
Св. 2,00 » 5,00 »	0,10	0,20

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ (при массовой доле никеля от 0,5 до 2 %) В ПРИСУТСТВИИ КОБАЛЬТА

3.1. Сущность метода

Метод предназначен для анализа прутков для наплавки на основе кобальта.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя в щелочной среде после отделения хрома и кобальта.

3.2. Реактивы и растворы

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, раствор с массовой долей 20 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой долей 20 и 5 %.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор с массовой долей 1 %; готовят растворением в растворе с массовой долей 5 % гидроокиси натрия.

Кислота хлорная.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммоний фосфорнокислый по ГОСТ 10651—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25 %.

Стандартный раствор никеля Б с содержанием в 1 см³ 0,00001 г никеля, готовят разбавлением стандартного раствора никеля А, см. п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Никель определяют в фильтрате после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79. Из мерной колбы вместимостью 200 см³, отбирают 25 см³ испытуемого раствора в стакан вместимостью 100—200 см³, приливают 10 см³ хлорной кислоты и нагревают до выделения обильных паров хлорной кислоты. К кипящему раствору осторожно прибавляют 0,1—0,2 г хлористого натрия и продолжают нагревание. Операцию повторяют до полного исчезновения окраски хрома. Раствор разбавляют водой приблизительно до 10—20 см³ и выливают в стакан с раствором, содержащим 50 см³ дистиллированной воды, 2 г хлористого аммония, 2 г фосфорнокислого аммония и 10—15 см³ водного раствора аммиака.

Содержимое стакана нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Часть раствора отфильтровывают в сухой стакан и отбирают 5—25 см³ раствора в зависимости от содержания никеля в мерную колбу вместимостью 100 см³. Приливают 5 см³ раствора аммиака, 10 см³ раствора с массовой долей 20 % сегнетовой соли, 10 см³ раствора с массовой долей 10 % надсернокислого аммония, 10 см³ раствора с массовой долей 1 % диметилглиоксима. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Измеряют оптическую плотность окрашенного раствора через 10 мин на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (λ = 490 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта на содержание никеля в реактивах. По величине оптической плотности окрашенного испытуемого раствора находят массу никеля по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1, 2, 3,..., 10 см³ стандартного раствора никеля Б, нейтрализуют по конго раствором аммиака и вводят избыток его 5 см³; приливают 10 см³ раствора с массовой долей 20 % сегнетовой соли и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{200 \cdot 100 \cdot m \cdot 100}{25 V m_1},$$

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

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,50 до 1,00 включ.	0,50	0,10
Св. 1,00 » 2,00 »	0,10	0,15

(Измененная редакция, Изм. № 2).