Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения никеля

Alloy cast iron.
Methods for determination of nickel

ГОСТ
2604.8—77

Взамен ГОСТ 2604—44
в части разд. VII

МКС 77.080.10
ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 марта 1977 г. № 680 дата введения установлена

01.01.78

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

Настоящий стандарт распространяется на легированный чугун и устанавливает фотометрический метод определения никеля (от 0,1 до 1,0 %), гравиметрический метод (от 0,1 до 25,0 %) и атомно-абсорбционный метод (от 0,1 до 15,0 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ С ДИМЕТИЛГЛИОКСИМОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в коричнево-красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом (λ_{max} = 420—430 нм) в щелочной среде в присутствии окислителя — надсернокислого аммония. Оптимальный интервал pH 8—10. Мешающее влияние железа, хрома, меди и других элементов устраняют прибавлением калия-натрия виннокислого. При массовой доле меди свыше 2 % определение следует вести гравиметрическим методом.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, 20 %-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 5 %-ный раствор.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 3 %-ный свежеприготовленный раствор.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1 %-ный раствор в 5 %-ном растворе гидроокиси натрия, готовят следующим образом: 10 г диметилглиоксима растворяют в 1 дм^3 5 %-ного раствора гидроокиси натрия.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79, 0,2 %-ный раствор; готовят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,5 г карбонильного железа, приливают 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и умеренно нагревают до полного растворения навески. Затем осторожно по каплям приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до удаления окислов азота. Содержимое колбы охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1982 г., апреле 1985 г. (ИУС 3—83, 7—85).

gost.e-ecolog.ru

Никель металлический по ГОСТ 849—97, марки Н-0, стандартные растворы.

Раствор А с массовой концентрацией 0,0001 г/см³: 0,1 г металлического никеля растворяют при умеренном нагревании в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, в присутствии нескольких капель азотной кислоты. После полного растворения навески раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор Б с массовой концентрацией 0,00001 г/см³: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют до метки водой.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску чугуна массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и умеренно нагревают до полного растворения навески. Затем, осторожно по каплям приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до удаления окислов азота.

Кремниевую кислоту и графит отфильтровывают на фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см³, промывают осадок на фильтре два—три раза водой, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотные части раствора по 5 см³ помещают в две мерные колбы вместимостью 100 см³.

В каждую колбу приливают последовательно (при перемешивании) по 10 см³ 20 %-ного раствора виннокислого калия-натрия, по 10 см³ 5 %-ного раствора гидроокиси натрия и по 10 см³ 3 %-ного раствора надсернокислого аммония.

В одну колбу приливают 10 см³ 1 %-ного раствора диметилглиоксима. Раствор во второй колбе (без диметилглиоксима) служит раствором сравнения. Через 2—3 мин в обе колбы доливают воду до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 5—7 мин на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 420—430 нм.

Массовую долю никеля в процентах находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

Аликвотные части раствора карбонильного железа по 5 см³ помещают в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³.

В десять мерных колб приливают последовательно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90; 100 мкг никеля по отношению к исходной навеске чугуна массой 0,2 г и аликвотной части раствора 5 см³.

В каждую колбу приливают последовательно (при перемешивании) по 10 см³ 20 %-ного раствора виннокислого калия-натрия, по 10 см³ 5 %-ного раствора гидроокиси натрия и по 10 см³ 3 %-ного раствора надсернокислого аммония.

Во все колбы приливают по 10 см³ 1 %-ного раствора диметилглиоксима. Через 2—3 мин доливают воду до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора через 5—7 мин на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 420—430 нм.

В качестве раствора сравнения служит раствор в одиннадцатой колбе, содержащий карбонильное железо, проведенный через весь ход анализа, к которому прибавляют те же реактивы, что и к анализируемой пробе, но не содержащий никеля.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массовым долям никеля строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю никеля в процентах находят по градуировочному графику.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в п. 3.4.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ ОСАЖДЕНИЕМ ДИМЕТИЛГЛИОКСИМОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении никеля диметилглиоксимом в слабоаммиачном растворе (pH 8—10). Мешающее влияние железа, хрома, марганца и других элементов устраняют прибавлением винной кислоты. Осадок диметилглиоксимата никеля высушивают и взвешивают.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 10 %-ный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 50 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1 %-ный спиртовой раствор; готовят следующим образом: 10 г диметилглиоксима растворяют в 750 см³ спирта, приливают 250 см³ горячей воды и перемешивают.

Индикатор универсальный, бумага.

3.3. Проведение анализа

Массу навески чугуна в зависимости от массовой доли никеля определяют по табл. 1.

Навеску помещают в стакан вместимостью 500 см³, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании в 30 см³ соляной кислоты, прибавляя по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем приливают 10—20 см³ соляной кислоты и содержимое стакана нагревают до растворения солей. К раствору приливают 80—100 см³ горячей воды, нагревают до 80—90 °С, обмывают часовое стекло водой, отфильтровывают выпавший осадок кремниевой кислоты и графит на фильтр «белая лента» с добавлением бумажной массы. Осадок на фильтре промывают несколько раз соляной кислотой, разбавленной 1:100. Фильтрат и промывные воды сохраняют (основной раствор). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1100 °С. Затем тигель с осадком охлаждают. Осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 3—4 капли серной кислоты, 3—4 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Остаток в тигле сплавляют с 2—3 г калия пиросернокислого, выщелачивают водой при нагревании и присоединяют к основному раствору.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Масса навески, г
От 0,1 до 0,5	3,0
Св. 0,5 » 2,0	2,0
» 2,0 » 4,0	1,0
» 4,0 » 10,0	0,5
» 10,0 » 25,0	0,2

К полученному раствору приливают 5 см³ 10 %-ного раствора хлористого аммония, 20—40 см³ 50 %-ного раствора винной кислоты и добавляют раствор аммиака до pH 8—10 по универсальному индикатору, затем соляную кислоту до pH 2—3 по универсальному индикатору, разбавляют горячей водой до 350—400 см³, нагревают до 50—70 °С, приливают 1 %-ный спиртовой раствор диметилглиоксима в количестве, соответствующем 10 см³ на каждые 0,01 г никеля, после чего приливают раствор аммиака до pH 8—10 по универсальному индикатору.

Раствор с выпавшим осадком диметилглиоксимата никеля оставляют при 50—70 °С на 1 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», промывают 5—6 раз теплой водой.

После этого осадок растворяют на фильтре 50 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают 5—7 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение. К раствору приливают 5 см³ 50 %-ного раствора винной кислоты, раствор аммиака до pH 8—10 по универсальному индикатору, соляную кислоту до pH 2—3 по универсальному индикатору и разбавляют горячей водой до 350—400 см³. Затем раствор нагревают до 50—70 °С, приливают 10—15 см³ 1 %-ного спиртового раствора диметилглиоксима, после чего приливают раствор аммиака до pH 8—10 по универсальному индикатору. Раствор с выпавшим осадком оставляют при 50—70 °С на 1 ч.

Осадок количественно переносят в стеклянный фильтрующий тигель № 4, предварительно высушенный до постоянной массы при 110 °С и взвешенный. Осадок промывают 7—8 раз теплой водой. Тигель с осадком высушивают до постоянной массы при 110—120 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. 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 чугуна, г;

0,2032 — коэффициент пересчета диметилглиоксимата никеля на никель.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,2	0,02
Св. 0,2 » 0,5	0,03
» 0,5 » 1,0	0,05
» 1,0 » 2,0	0,06
» 2,0 » 4,0	0,08
» 4,0 » 8,0	0,12
» 8,0 » 15,0	0,16
» 15,0 » 25,0	0,20

3.3—3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

4.1. Атомно-абсорбционный метод определения никеля — по ГОСТ 12352—81.

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru