

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**  
**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ**

Издание официальное

Б3 8-98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
М о с к в а

## 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 диметилглиоксисом 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>: 10 г диметилглиоксина растворяют в

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



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

этанолом спирте в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты, приливают 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:5), выпаривают до начала выделения паров серной кислоты и охлаждают. Соли растворяют в 100-150 см<sup>3</sup> воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г никеля.

### 2.1.3. Проведение анализа

Навеску стали 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200-250 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> смеси кислот. Затем приливают 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:5) и раствор выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. После охлаждения соли растворяют в 100-120 см<sup>3</sup> воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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

В одну из колб приливают 1 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксина, в другую колбу приливают 1 см<sup>3</sup> 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 фотозелектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длины волны 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 аликовотную часть анализируемого раствора, содержащую все реагенты, кроме диметилглиоксина.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реагентов.

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

Массу никеля находят по градуированному 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 диметилглиоксом в щелочной среде в присутствии окислителя надсернокислого аммония и измерении светопоглощения раствора при длине волны 440 нм.

#### 2.2.2. Аппаратура и реагенты

Спектрофотометр или фотозелектроколориметр.

Калий-натрий виннокислый (4-водный) по ГОСТ 5845-79, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328-77, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) по ГОСТ 20478-75, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828-77, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> в растворе 50 г/дм<sup>3</sup> гидрата окиси натрия: 10 г диметилглиоксина растворяют в 500 см<sup>3</sup> раствора 50 г/дм<sup>3</sup> гидрата окиси натрия. Полученный раствор разбавляют до 1 дм<sup>3</sup> раствором 50 г/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> смеси кислот. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> при массовой доле никеля от 0,1 до 1,5 % или в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> при массовой доле никеля выше 1,5 % доливают до метки водой, перемешивают и отфильтровывают через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Две аликовтные части раствора по 10 см<sup>3</sup> помещают в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 20—30 см<sup>3</sup> воды и 2—3 капли азотной кислоты. Далее, при постоянном перемешивании, в каждую колбу приливают 10 см<sup>3</sup> раствора сегнетовой соли, 20 см<sup>3</sup> раствора гидрата окиси натрия и 10 см<sup>3</sup> нацерникоцислого аммония. Через 0,5—1 мин в одну из колб приливают 10 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксина, в другую колбу приливают 10 см<sup>3</sup> 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 аликовтную часть анализируемого раствора, содержащую все реактивы, кроме диметилглиоксина.

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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 аликовтной 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 диметилглиоксина в слабоаммиачной среде, высушивании полученного осадка диметилглиоксата 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/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72, насыщенный раствор.

Аммоний пирофернокислый по ГОСТ 20478-75, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522-74, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328-77, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828-77, этанолный раствор 10 г/дм<sup>3</sup>: 10 г диметилглиоксина растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают; перед употреблением раствор фильтруют.

10 см<sup>3</sup> раствора достаточно для осаждения 0,025 г никеля.

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

Тиоацетамид, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пирофернокислый 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.

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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 25-30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, окисляют 5-7 см<sup>3</sup> азотной кислоты, добавляя ее по каплям, и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), выпаривают досуха и выдерживают не менее 1 ч при 130 °C.

3.3.2.1. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), нагревают до растворения солей, прибавляют 100-150 см<sup>3</sup> 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, озолят и сжигают. К осадку в тигле добавляют 2-5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и 0,5 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), упаривают до удаления паров серной кислоты, остаток сплавляют с 2-3 г пирофернокислого калия. Плав выщелачивают горячей водой в стакане, добавляют 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и аммиак до pH 8-9 (здесь и далее контроль pH ведут по универсальному индикатору). Раствор разбавляют водой до объема 400 см<sup>3</sup>, подкисляют соляной кислотой (1:4) до pH 4-6, подогревают до 50 °C, прибавляют 25-30 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксина и при постоянном перемешивании аммиак до pH 8-9. После отстаивания осадка проверяют полноту осаждения никеля добавлением раствора диметилглиоксина. Раствор с осадком оставляют стоять не менее 1 ч при 40-60 °C. 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 см<sup>3</sup> и повторяют осаждение никеля, добавляя 5-15 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 10-25 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксина и аммиак до pH 8-9. Раствор с осадком оставляют стоять в течение 1 ч при 40-60 °C. Осадок отфильтровывают через высушенный при (120±5) °C 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) °C 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты и до получения объединенного фильтрата определение проводят по п. 3.3.2.

3.3.3.1. К объединенному фильтрату прибавляют 20-25 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлористого аммония, 20-40 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, аммиак до pH 9-10 и затем добавляют 5 см<sup>3</sup> аммиака в избыток. К

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

\*Табл. 1. (Изменена, Изм. № 1).

раствору приливают 20 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония, кипятят в течение 10—12 мин, после охлаждения разбавляют водой до объема 400 см<sup>3</sup> и прибавляют соляную кислоту (1:4) до pH 4—6.

Раствор нагревают до 50 °C, приливают 25—50 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксими и при постоянном перемешивании раствор аммиака до pH 8—9. После прекращения выпадения осадка добавляют еще 30—40 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксими для образования растворимой соли глиоксимата кобальта. Раствор с осадком оставляют стоять при 40—60 °C 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 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлористого аммония, 5 см<sup>3</sup> винной кислоты, раствор аммиака до pH 9—10, разбавляют водой до 350—400 см<sup>3</sup> и приливают соляную кислоту (1:4) до pH 4—6. Раствор нагревают до 50 °C, приливают 25—30 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксими и при постоянном перемешивании раствор аммиака до pH 8—9. После прекращения выпадения осадка добавляют 10—20 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксими. Раствор с осадком оставляют стоять при 40—60 °C в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают через высушенный при (120±5) °C 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) °C до постоянной массы, охлаждают в экскаторе 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 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты и окисляют 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты, добавляя ее по каплям.

Раствор с осадком нагревают до 50 °C, через 5 мин разбавляют горячей водой до 200—300 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 °C, 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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, окисляют 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты, добавляя ее по каплям. К раствору приливают 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4) и выпаривают до паров серной кислоты. Раствор охлаждают, разбавляют водой до объема 150—200 см<sup>3</sup>, приливают 30—40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, окисляют 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты, добавляя ее по каплям. Раствор с осадком нагревают до 50 °C, через 5 мин разбавляют горячей водой до 200—300 см<sup>3</sup>, 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 °C. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и до получения объединенного фильтрата определение проводят по п. 3.3.2. К объединенному фильтрату прибавляют 30 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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-акетилен.

##### 4.2. Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения никеля.

Баллон с акетиленом.

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<sup>3</sup> соляной и 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> соляной и 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислот. Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 3—5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 выше 1 % аликовтную часть раствора 10 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 3—5 см<sup>3</sup> 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 градиуровочного графика при массовой доле никеля в стали от 0,10 до 5,0 %

В шесть мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают по 3—5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. В пять колб последовательно приливают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> 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 градиуровочный график.

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

В шесть мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают по 3—5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. В пять колб последовательно приливают 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см<sup>3</sup> 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 градиуровочный график.

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

## 4.5. О б р а б о т к а р е з у л т а т о в

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 градиуровочному графику, г;  
 $m$  — масса навески стали, соответствующая аликовотной 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.

Т а б л и ц а 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. Копысок  
 Технический редактор Л.А. Кулпинова  
 Корректор В.Н. Варенцова  
 Компьютерная верстка С.В. Рыбовой

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

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Коломенский пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тиц. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6  
 Пар № 080102