

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

Издание официальное

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/дм³.

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 дм³, 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/дм³: 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 тимонной 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

Калии-натрии виннокислые (4-водные) по ГОСТ 5845—79, раствор 200 г/дм³

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

Аммония 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. Полуценный 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 надсернистого 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 $(120 \pm 5) ^\circ\text{C}$ 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.