

## ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

## Методы определения никеля

Alloy cast iron.  
Methods for determination of nickelГОСТ  
2604.8—77Взамен ГОСТ 2604—44  
в части разд. VIIМКС 77.080.10  
ОКСТУ 0809Постановлением 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 ( $\lambda_{\text{max}} = 420—430$  нм) в щелочной среде в присутствии окислителя — надсернического 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 надсернический 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<sup>3</sup> 5 %-ного раствора гидроокиси натрия.Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79, 0,2 %-ный раствор; готовят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5 г карбонильного железа, приливают 25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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).

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

Раствор А с массовой концентрацией 0,0001 г/см<sup>3</sup>: 0,1 г металлического никеля растворяют при умеренном нагревании в 20 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор Б с массовой концентрацией 0,00001 г/см<sup>3</sup>: 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, промывают осадок на фильтре два—три раза водой, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотные части раствора по 5 см<sup>3</sup> помещают в две мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

В каждую колбу приливают последовательно (при перемешивании) по 10 см<sup>3</sup> 20 %-ного раствора виннокислого калия-натрия, по 10 см<sup>3</sup> 5 %-ного раствора гидроокиси натрия и по 10 см<sup>3</sup> 3 %-ного раствора надсернического аммония.

В одну колбу приливают 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают в шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

В каждую колбу приливают последовательно (при перемешивании) по 10 см<sup>3</sup> 20 %-ного раствора виннокислого калия-натрия, по 10 см<sup>3</sup> 5 %-ного раствора гидроокиси натрия и по 10 см<sup>3</sup> 3 %-ного раствора надсернического аммония.

Во все колбы приливают по 10 см<sup>3</sup> 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 (рН 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 пироксерникоксидный 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 см<sup>3</sup> спирта, приливают 250 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, прибавляя по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем приливают 10—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и содержимое стакана нагревают до растворения солей. К раствору приливают 80—100 см<sup>3</sup> горячей воды, нагревают до 80—90 °С, обмывают часовое стекло водой, отфильтровывают выпавший осадок кремниевой кислоты

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

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 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают содержимое тигля до удаления паров серной кислоты. Остаток в тигле сплавляют с 2—3 г калия пироксерникоксидного, выщелачивают водой при нагревании и присоединяют к основному раствору.

К полученному раствору приливают 5 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора хлористого аммония, 20—40 см<sup>3</sup> 50 %-ного раствора винной кислоты и добавляют раствор аммиака до рН 8—10 по универсальному индикатору, затем соляную кислоту до рН 2—3 по универсальному индикатору, разбавляют горячей водой до 350—400 см<sup>3</sup>, нагревают до 50—70 °С, приливают 1 %-ный спиртовой раствор диметилглиоксима в количестве, соответствующем 10 см<sup>3</sup> на каждые 0,01 г никеля, после чего приливают раствор аммиака до рН 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 50 %-ного раствора винной кислоты, раствор аммиака до рН 8—10 по универсальному индикатору, соляную кислоту до рН 2—3 по универсальному индикатору и разбавляют горячей водой до 350—400 см<sup>3</sup>. Затем раствор нагревают до 50—70 °С, приливают 10—15 см<sup>3</sup> 1 %-ного спиртового раствора диметилглиоксима, после чего приливают раствор аммиака до рН 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).