

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Методы определения никеля

Hard-facing materials.
Methods of nickel determination

ГОСТ
11930.6—79*

Взамен
ГОСТ 11930—66
в части разд. 5

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен *

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262 срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрические методы определения никеля.

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 для наплавки марок: Пр-С27, Пр-С1, Пр-С2 по ГОСТ 21449—75, порошков из сплавов для наплавки марок: ПГ-С27, ПГ-С1, ПГ-УС25 по ГОСТ 21448—75.

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.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3—85).



Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 20%-ный раствор.

Конго красный.

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

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

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1%-ный раствор, готовят растворением навески реактива в 5%-ном растворе щелочи.

Аммоний надсерникоислый по ГОСТ 20478—75, 10%-ный свежеприготовленный раствор.

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

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 20%-ного раствора сегнетовой соли, нейтрализуют по бумажке конго 20%-ным раствором щелочи и вводят 5 см³ щелочи в избыток. Прибавляют 5 см³ 10%-ного раствора персульфата аммония и 10 см³ 1%-ного раствора 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 ($\lambda = 540$ 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.

2.3.2. 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

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

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

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 1 до 2	0,05
Св. 2 до 5	0,1

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 марок: Пр-ВЗК и ПР-ВЗК-Р по ГОСТ 21449—75.

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, 20%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 20 и 5%-ные растворы.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, 10%-ный свежеприготовленный раствор.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1%-ный раствор; готовят растворением в 5%-ном растворе 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, 25%-ный раствор.

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 раст-

вору 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 20%-ного раствора сегнетовой соли, 10 см³ 10%-ного раствора надсернистого аммония, 10 см³ 1%-ного раствора диметилглиоксима. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Измеряют оптическую плотность окрашенного раствора через 10 мин на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda=490$ 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 20%-ного раствора 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

$$X = \frac{200 \cdot 100 \cdot m \cdot 100}{25Vm_1},$$

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

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

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, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,5 до 1,0	0,05
Св. 1,0 до 2,0	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 11930.6—79 Материалы наплавочные. Методы определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3905

Дата введения 01.07.90

Вводную часть дополнить словами: «в прутках для наплавки и порошках из сплавов для наплавки».

Пункт 2.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Метод предназначен для анализа прутков и порошков для наплавки из сплавов на основе железа».

Пункт 2.2. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %» (2 раза); «1%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %», «в 5%-ном растворе» на «в растворе с массовой долей 5 %», «10%-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %».

Пункт 2.3.1. Заменить слова: «20%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 20 %» (2 раза), «10%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 10 %».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать допустимых 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

(Продолжение см. с. 48)

Пункт 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Метод предназначен для анализа прутков для наплавки на основе кобальта».

Пункт 3.2. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %», «20 и 5%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 и 5 %», «10%-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %»; «1%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %», «в 5%-ном растворе» на «в растворе с массовой долей 5 %», «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %».

Пункт 3.3.1. Третий абзац. Заменить слова: «20%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 20 %», «10%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 10 %», «1%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 1 %».

Пункт 3.3.2. Заменить слова: «20%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 20 %».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «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

(ИУС № 3 1990 г.)