



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ

Методи визначення нікелю

ДСТУ 7758:2015

Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2016

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет України «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Український державний науково-технічний центр з технології та обладнання, обробки металів, захисту навколишнього середовища та використання вторинних ресурсів для металургії та машинобудування «Енергосталь»

РОЗРОБНИКИ: **Г. Душенко; Д. Сталінський**, д-р техн. наук; **В. Мантула; С. Спірна**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Н. Грищенко**, канд. хім. наук (науковий керівник), **О. Сніжко**

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від 22 червня 2015 р. № 61 з 2016–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 22536.9–88)

ЗМІСТ

| | |
|---|------|
| 1 Сфера застосування..... | с. 1 |
| 2 Нормативні посилання | 1 |
| 3 Загальні вимоги..... | 2 |
| 4 Фотометричний метод визначення масової частки нікелю від 0,01 % до 0,50 %..... | 2 |
| 5 Гравіметричний метод визначення масової частки нікелю від 0,1 % до 0,5 % | 5 |
| 6 Атомно-абсорбційний метод визначення масової частки нікелю від 0,02 % до 0,50 % | 6 |
| 7 Норми точності..... | 7 |
| 8 Вимоги до кваліфікації оператора | 8 |
| 9 Вимоги щодо безпеки | 8 |

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ

Методи визначення нікелю

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения никеля

CARBON STEEL AND UNALLOYED CAST IRON

Methods for determination of nickel

Чинний від 2016–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки нікелю: фотометричний (від 0,01 % до 0,50 %), гравіметричний (від 0,1 % до 0,5 %) й атомно-абсорбційний (від 0,02 % до 0,50 %) в сталі вуглецевій та чавуні нелегованому.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева і чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація та загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Взрывоопасность. Общие требования (ССБП. Вибухонебезпечність. Загальні вимоги)

ГОСТ 849-70 Никель первичный. Технические условия (Нікель первинний. Технічні умови)

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляна. Технічні умови)

ГОСТ 3652-69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия (Реактиви. Кислота лимонна моногідрат і безводна. Технічні умови)

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия (Реактиви. Аміак водний. Технічні умови)

ГОСТ 4160-74 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия (Реактиви. Калій бромистий. Технічні умови)

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия (Реактиви. Натрію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 4457-74 Реактивы. Калий бромноватоокислый. Технические условия (Реактиви. Калій бромноватоокислий. Технічні умови)

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактиви. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 5457–75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия (Ацетилен розчинений і газоподібний технічний. Технічні умови)

ГОСТ 5817–77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия (Реактиви. Кислота винна. Технічні умови)

ГОСТ 5828–77 Реактивы. Диметилглиоксим. Технические условия (Реактиви. Диметилглюксим. Технічні умови)

ГОСТ 5845–79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия (Реактиви. Калій-натрій виннокислий 4-водний. Технічні умови)

ГОСТ 11125–84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия (Кислота азотна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 13610–79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (Залізо карбонільне радіотехнічне. Технічні умови)

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия (Кислота соляна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 14262–78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия (Кислота сірчана особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия (Спирт етиловий ректифікований технічний. Технічні умови)

ГОСТ 19522–74 Реактивы. Аммоний роданистый технический. Технические условия (Реактиви. Амоній роданистий технічний. Технічні умови)

ГОСТ 20478–75 Реактивы. Аммоний надсерноокислый. Технические условия (Реактиви. Амоній надсірчаноокислий. Технічні умови)

ГОСТ 24363–80 Реактивы. Калия гидроксид. Технические условия (Реактиви. Калію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд й устаткування лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри).

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізування — згідно з ДСТУ 7749.

3.2 Норми точності й нормативи контролю точності визначення масової частки нікелю наведено в розділі 7.

4 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ НІКЕЛЮ ВІД 0,01 % ДО 0,50 %

4.1 Визначення нікелю ((0,01—0,50) %) у сталях та чавунах із масовою часткою марганцю до 2,0 %

4.1.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні забарвленої в червоний колір комплексної сполуки нікелю з диметилглюксимом в аміачному середовищі в присутності бромистого та бромнуватокислого калію та вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину за довжини хвилі 530 нм.

4.1.2 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр або **фотоелектроколориметр**.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204, розведена 1:4 та 1:1.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125, розведена 3:2.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118, розведена 1:4.

Кислота лимонна — згідно з ГОСТ 3652, розчин масовою концентрацією 100 г/дм³.

Калій бромистий — згідно з ГОСТ 4160.

Калій бромнуватокислий — згідно з ГОСТ 4457.

Розчини бромистого та бромнуватокислого калію: 39 г бромистого калію та 10 г бромнуватокислого калію розчиняють у воді в мірній колбі місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

Аміак водний — згідно з ГОСТ 3760, розведений 3:2.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221 або ГОСТ 18300.

Диметилглюксим — згідно з ГОСТ 5828; розчин масовою концентрацією 10 г/дм³: 10 г диметилглюксиму розчиняють в етиловому спирті в мірній колбі місткістю 1 дм³, доливають етиловим спиртом до позначки та перемішують; перед використанням розчин фільтрують.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з ГОСТ 13610.

Нікель первинний — згідно з ГОСТ 849.

Стандартні розчини нікелю.

Розчин А. 1,000 г металевого нікелю розчиняють, повільно нагріваючи у 35 см³ азотної кислоти, розведеної 3:2, доливають 30 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, випарюють до початку виділення парів сірчаної кислоти й охолоджують. Солі розчиняють у (100—150) см³ води, переливають розчин у мірну колбу місткістю 1 дм³, охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,001 г нікелю.

Розчин Б. 50 см³ розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 500 см³, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин Б готують безпосередньо перед використанням.

1 см³ розчину Б містить 0,0001 г нікелю.

Розчин В. 50 см³ розчину Б вміщують у мірну колбу місткістю 100 дм³, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин готують безпосередньо перед використанням.

1 см³ розчину В містить 0,00005 г нікелю.

4.1.3 Аналізування

Наважку проби 0,5 г вміщують у стакан місткістю (200—250) см³, доливають 30 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, і розчиняють під час повільного нагрівання. Після повного розчинення наважки обережно додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та випарюють до початку виділення парів сірчаної кислоти. Після охолодження солі розчиняють у (100—120) см³ води, переливають розчин у мірну колбу місткістю 250 см³, знову охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин фільтрують на сухий щільний фільтр у колбу місткістю 250 см³, відкидаючи дві перші порції фільтрату.

У дві мірні колби місткістю 100 см³ вміщують аликвотні частини розчину, які дорівнюють 25 см³. Потім, безперервно перемішуючи вміст колби, послідовно доливають у кожену колбу 20 см³ розчину лимонної кислоти, 5 см³ соляної кислоти, розведеної 1:4, 10 см³ розчину бромистого та бромнуватокислого калію та через (2—3) хв додають 25 см³ розчину аміаку, розведеного 3:2. Розчини перемішують й одразу охолоджують до температури 20 °С.

В одну з колб додають 1 см³ розчину диметилглюксиму, в іншу — 1 см³ етилового спирту. Розчини доливають водою до позначки та ретельно перемішують. Оптичну густину забарвленого розчину вимірюють протягом 25 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 530 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвилі (530—550) нм.

Як розчин порівняння використовують аликвотну частину аналізованого розчину, що містить усі реактиви, крім диметилглюксиму.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби й проведеним через усі стадії аналізування.

4.1.4 Побудова градувального графіка

4.1.4.1 За масової частки нікелю (0,01—0,05) %

У сім стаканів місткістю 250 см³ вміщують по 0,5 г карбонільного заліза. У шість із них послідовно додають стандартний розчин В кількістю (0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 6,0) см³, що відповідає (0,000025; 0,000050; 0,000100; 0,000150; 0,000250; 0,00030) г нікелю. Сьомий стакан призначено для готування розчину порівняння. Далі аналізування виконують, як зазначено в 4.1.3.

4.1.4.2 За масової частки нікелю від 0,05 % до 0,50 %

У сім стаканів місткістю 250 см³ вміщують по 0,5 г карбонільного заліза. У шість із них послідовно додають стандартний розчин Б кількістю (2; 5; 10; 15; 20; 30) см³, що відповідає (0,0002; 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,0020; 0,0030) г нікелю. Сьомий стакан призначено для готування розчину порівняння. Далі аналізування виконують, як зазначено в 4.1.3.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси нікелю будують градувальний графік у координатах: оптична густина — маса нікелю, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка нікелю, у відсотках.

4.2 Визначення нікелю ((0,05—0,50) %) у сталях та чавунах із масовою часткою марганцю до 1 %

4.2.1 Суть методу ґрунтується на утворенні забарвленого в коричнево-червоний колір комплексної сполуки нікелю з диметилглюксимом у лужному середовищі за наявності надсірчаноокислого амонію та вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину за довжини хвилі 440 нм.

Вплив заліза, що заважає, усувають переведенням його у виннокислий комплекс.

4.2.2 Апаратура, реактиви та розчини

Калій-натрій виннокислий — згідно з ГОСТ 5845, розчин масовою концентрацією 200 г/дм³.

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, розчин масовою концентрацією 200 г/дм³ або **калію гідроксид** — згідно з ГОСТ 24363, розчин масовою концентрацією 250 г/дм³.

Амоній надсірчаноокислий — згідно з ГОСТ 20478, розчин масовою концентрацією 30 г/дм³, свіжоприготований.

Диметилглюксим — згідно з ГОСТ 5828, розчин масовою концентрацією 10 г/дм³ у розчині гідроксиду натрію або гідроксиду калію масовою концентрацією 50 г/дм³.

4.2.3 Аналізування

Наважку проби 0,5 г (за масової частки нікелю (0,05—0,20) %) та 0,2 г (за масової частки нікелю (0,2—0,5) %) вміщують у стакан місткістю 200 см³ та розчиняють, як зазначено в 4.1.3.

Після розчинення наважки розчин кип'ячать до видалення оксидів азоту, охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують. Під час аналізування чавунів або в разі випадіння в осад кремнієвої кислоти розчин фільтрують на сухий фільтр у суху колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Дві аліквотні частини розчину по 10 см³ вміщують у дві мірні колби місткістю по 100 см³, додають послідовно в кожну колбу 20 см³ води, 10 см³ розчину калію-натрію виннокислого, 10 см³ розчину гідроксиду натрію (або гідроксиду калію), 10 см³ розчину надсірчаноокислого амонію, ретельно перемішуючи після додавання кожного реактиву. В одну з колб доливають 10 см³ розчину диметилглюксиму. Через (3—5) хв вміст колби доводять водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють на спектрофотометрі за довжини хвилі 440 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль (430—450) нм. Як розчин порівняння використовують аліквотну частину аналізованого розчину, що містить усі реактиви, крім диметилглюксиму.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби й проведеним через усі стадії аналізування.

4.2.4 Побудова градувального графіка

У шість стаканів місткістю 250 см³ вміщують (0,5 або 0,2) г карбонільного заліза залежно від наважки проби. У п'ять із них послідовно додають стандартний розчин Б кількістю (2; 3; 5; 8; 12) см³, що відповідає (0,0002; 0,0003; 0,0005; 0,0008; 0,0012) г нікелю. Шостий стакан використовують для готування розчину порівняння. Далі виконують аналізування, як зазначено в 4.2.3.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси нікелю будують градувальний графік у координатах: оптична густина — маса нікелю, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка нікелю, у відсотках.

4.3 Визначення масової частки нікелю ((0,05—0,50) %) у сталях та чавунах із масовою часткою марганцю понад 1 % та відокремленням останнього

Наважки проби масою (0,5 або 0,2) г вміщують у стакан місткістю 250 см³ і розчиняють у 30 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, під час повільного нагрівання. Після повного розчинення наважки обережно додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та ще (2—3) см³ у надлишок. Розчин кип'ячать, обмивають стінки стакана водою, додають 10 см³ сірчаної кислоти та випарюють до парів сірчаної кислоти. Солі розчиняють у 100 см³ води під час нагрівання. До розчину додають 1 г бромнуватокислого калію, нагрівають до кипіння та кип'ячать протягом 5 хв.

Охолоджений розчин переводять у мірну колбу місткістю 250 см³, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин фільтрують на сухий щільний фільтр у суху колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

Аліквотну частину 25 см³ вміщують у стакан місткістю 250 см³, додають (5—10) см³ соляної кислоти та випарюють до парів сірчаної кислоти. Оброблення соляною кислотою виконують ще двічі. Розчин випарюють до появи парів сірчаної кислоти, додають 1 см³ соляної кислоти, 10 см³ води та розчиняють солі, нагріваючи. Потім розчин охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 100 см³. Далі аналізування виконують, як зазначено в 4.2.3 та 4.2.4.

4.4 Опрацювання результатів

4.4.1 Масову частку нікелю X_1 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

де m_1 — маса нікелю в аналізованій пробі, знайдена за градувальним графіком, г;
 m — маса наважки проби, г.

5 ГРАВИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ НІКЕЛЮ ВІД 0,1 % ДО 0,5 %

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на виділенні нікелю диметилглюксимом в аміачному середовищі за наявності винної кислоти, яка зв'язує залізо та подальшому зважуванні одержаного осаду у вигляді оксиду нікелю (II) або диметилглюксимату нікелю.

5.2 Апаратура, реактиви та розчини

Електропіч типу СНОЛ, що забезпечує регулювання температури з точністю ± 10 °С.

Електрошафа сушильна лабораторна, що забезпечує регулювання температури з точністю ± 10 °С.

Ексикатор — згідно з ГОСТ 25336.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261, розведена 1:20 та 1:1.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125.

Аміак водний — згідно з ГОСТ 3760, розведений 1:1 та 1:100.

Кислота винна — згідно з ГОСТ 5817, розчин масовою концентрацією 500 г/дм³.

Кислота лимонна моногідрат і безводна — згідно з ГОСТ 3652, розчин масовою концентрацією 250 г/дм³.

Амоній роданистий — згідно з ГОСТ 19522, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221 або ГОСТ 18300.

Диметилглюксим — згідно з ГОСТ 5828, розчин в етиловому спирті масовою концентрацією 0,01 г/см³: 1 г реактиву розчиняють у 100 см³ етилового спирту.

5.3 Аналізування

Наважку сталі або чавуну масою 2 г вміщують у стакан місткістю (400—500) см³ та розчиняють у (40—50) см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, під час помірного нагрівання.

Після розчинення наважки додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та (2—3) краплі в надлишок. Розчин випарюють насухо. До сухого залишку додають 10 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, знову випарюють насухо й охолоджують.

Після охолодження до сухого залишку додають 10 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, та нагрівають до розчинення солей. До розчину додають 100 см³ гарячої води і, якщо утворився осад кремнієвої кислоти або графіту, фільтрують на фільтр «біла стрічка». Фільтр з осадом промивають кілька разів гарячою соляною кислотою, розведеною 1:20, до повного видалення йонів заліза (контролювання виконують за реакцією з розчином роданистого амонію). Фільтр з осадом відкидають.

Фільтрат доводять до об'єму (300—350) см³, додають 40 см³ розчину винної кислоти або 20 см³ розчину лимонної кислоти, обережно нейтралізують розчином аміаку до появи слабого запаху та, безперервно перемішуючи, додають 10 см³ розчину диметилглюксиму.

Розчин з осадом диметилглюксимату нікелю нагрівають до температури (60—70) °С, дають осаду відстоятися в теплом місці протягом двох—трьох годин, після чого фільтрують на фільтр «біла стрічка». Стакан обмивають над фільтром двічі—тричі холодним розчином аміаку, розведеним 1:100, і промивають фільтр з осадом (1—2) рази тим самим розчином. Осад на фільтрі розчиняють у 30 см³ гарячої соляної кислоти, розведеної 1:1, та промивають (5—6) разів гарячою водою, збираючи фільтрат і промивні води в стакан, у якому виконували осаджування. Після цього виконують повторне осаджування нікелю, як зазначено вище.

Промитий осад диметилглюксимату нікелю разом із фільтром завертають в інший злегка зволожений фільтр, вміщують у порцеляновий тигель, заздалегідь прожарений до сталої маси за температури 800 °С та зважений. Фільтр з осадом висушують у тиглі, обережно озолують, не допускаючи займання, і прожарюють за температури (650—700) °С до сталої маси. Потім тигель з осадом охолоджують в ексикаторі та зважують. Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів.

Якщо масова частка нікелю в сталі менше ніж 0,2 %, визначення нікелю допустимо закінчувати зваженням висушеного осаду диметилглюксимату нікелю. У цьому разі осад фільтрують на скляний фільтрувальний тигель № 3, заздалегідь висушений і доведений до сталої маси. Стінки стакана й осад промивають розчином аміаку, розведеного 1:100, та ще (5—6) разів теплою водою. Тигель з осадом вміщують у сушильну шафу, висушують за температури (110—120) °С до сталої маси, охолоджують в ексикаторі та зважують. Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів.

5.4 Опрацювання результатів

5.4.1 Масову частку нікелю X_2 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot K \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

де m_1 — маса тигля з осадом оксиду нікелю (III) або диметилглюксимату нікелю аналізованої проби, г;
 m_2 — маса тигля без осаду, г;
 m_3 — маса тигля з осадом контрольного дослід, г;
 m_4 — маса тигля без осаду, г;
 K — коефіцієнт, що дорівнює 0,2032, для перерахування диметилглюксимату нікелю на нікель та 0,7858 для перерахування оксиду нікелю (II) на нікель;
 m — маса наважки аналізованої проби, г.

6 АТОМНО-АБСОРБЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ НІКЕЛЮ ВІД 0,02 % ДО 0,50 %

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на вимірюванні ступеня поглинання резонансного випромінювання вільними атомами нікелю, що утворюються внаслідок розпилення аналізованого розчину в полум'я повітря — ацетилен за довжини хвилі 232 нм.

6.2 Апаратура, реактиви та розчини

Атомно-абсорбційний полуменевий спектрофотометр.

Лампа з порожнистим катодом для визначення нікелю.

Ацетилен розчинений і газоподібний — згідно з ГОСТ 5457.

Компресор, що подає стиснене повітря, чи **балон** зі стисненим повітрям.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261, розведена 1:1.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з ГОСТ 13610; розчин масовою концентрацією 50 г/дм³ готують так: 50 г карбонільного заліза розчиняють у 400 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання, випарюють до вологих солей. Потім додають (40—50) см³ соляної кислоти й знову випарюють до вологих солей. Цю операцію повторюють. Солі розчиняють у 100 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1. Розчин охолоджують, переводять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доводять водою до позначки та перемішують. Потім розчин фільтрують на фільтр середньої щільності.

Нікель первинний — згідно з ГОСТ 849.

Стандартні розчини нікелю.

Розчин А. 0,5000 г металевого нікелю розчиняють у 10 см³ соляної та 10 см³ азотної кислот або у 30 см³ азотної кислоти, розведеної 1:2. Розчин охолоджують і переливають у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,0005 г нікелю.

Розчин Б. 20 см³ стандартного розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину Б містить 0,0001 г нікелю.

Розчин Б готують безпосередньо перед використанням.

6.3 Готування до аналізування

Готування приладу виконують відповідно до інструкції, яку додають до нього. Налаштовують спектрофотометр на резонансну лінію 232 нм. Після вмикання подавання газу та запалювання пальника розпилюють воду в полум'я й установлюють нульове показання приладу.

6.4 Аналізування

6.4.1 Наважку сталі або чавуну масою 1 г (за масової частки нікелю (0,02—0,10) %) або 0,5 г (за масової частки нікелю (0,1—0,2) %), або 0,2 г (за масової частки нікелю (0,2—0,5) %) вміщують у стакан місткістю 100 см³ і розчиняють, нагріваючи, в 15 см³ соляної кислоти й 5 см³ азотної кислоти. Розчин випарюють насухо, охолоджують, додають 5 см³ соляної кислоти, (20—30) см³ води й нагрівають до розчинення солей. Охолоджений розчин переливають у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин фільтрують на сухий фільтр «біла стрічка», у суху колбу відкидають перші дві порції фільтрату.

Для готування розчину контрольного дослідження в мірну колбу місткістю 100 см³ додають розчин карбонільного заліза та проводять через усі стадії аналізування.

Розпилюють у полум'я розчин контрольного дослідження, а потім аналізовані розчини в порядку зростання масової частки нікелю до одержання стабільних показів для кожного розчину. Перед розпиленням в полум'я кожного аналізованого розчину розпилюють воду для промивання системи та перевіряння нульової точки.

Від середнього значення абсорбції кожного аналізованого розчину віднімають середнє значення абсорбції контрольного дослідження.

Масу нікелю визначають за градувальним графіком.

6.4.2 Побудова градувального графіка

У сім мірних колб місткістю 100 см³ вміщують по (20, 10 або 4) см³ розчину карбонільного заліза залежно від наважки проби, у шість із них послідовно додають (1,5; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 12,5) см³ стандартного розчину Б, що відповідає (0,00015; 0,00030; 0,00050; 0,00070; 0,00100; 0,00125) г нікелю. Сьома колба слугує для виконання контрольного дослідження. Вміст колб доводять водою до позначки, перемішують і далі аналізування виконують, як зазначено у 6.4.1.

За знайденими значеннями абсорбції та відповідними до них значеннями маси нікелю будують градувальний графік.

6.5 Опрацювання результатів

6.5.1 Масову частку нікелю X_3 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

де m_1 — маса нікелю в аналізованій пробі, визначена за градувальним графіком, г;
 m — маса наважки проби, г.

7 НОРМИ ТОЧНОСТІ

7.1 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки нікелю наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

У відсотках

| Масова частка нікелю | Границя допустимої похибки результатів аналізування, Δ | Допустима розбіжність | | | |
|-------------------------|---|--|----------------------------------|-----------------------------------|--|
| | | двох одночасних результатів аналізування, виконаних у різних умовах, D_2 | двох одночасних визначень, d_2 | трьох одночасних визначень, d_3 | результатів аналізування стандартного зразка від атестованого значення, δ |
| Від 0,01 до 0,02 включ. | 0,003 | 0,004 | 0,003 | 0,004 | 0,002 |
| Понад 0,02 « 0,05 « | 0,005 | 0,006 | 0,005 | 0,006 | 0,003 |
| « 0,05 « 0,10 « | 0,008 | 0,010 | 0,008 | 0,010 | 0,005 |
| « 0,1 « 0,2 « | 0,013 | 0,016 | 0,013 | 0,016 | 0,008 |
| « 0,2 « 0,5 « | 0,020 | 0,026 | 0,021 | 0,026 | 0,013 |

8 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

8.1 До роботи з устаткуванням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкції з експлуатації устаткування, правила експлуатації електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і допущені до роботи в установленому на підприємстві (організації) порядку.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час аналізування треба дотримувати вимоги щодо безпеки, викладені в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях, і розроблені на підставі ДСТУ 7237, ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.010 та чинних нормативних документів.

9.2 До роботи на атомно-абсорбційному спектрофотометрі допускають осіб, що пройшли навчання відповідно до інструкції з обслуговування та експлуатації приладу. Потрібно особливу увагу звернути на:

- вибухонебезпечність ацетилену;
- необхідність захисту очей оператора від ультрафіолетового випромінювання кольоровим склом;
- заповнення гідрозатвора водою.

Після закінчення роботи необхідно ретельно помити водою систему подання та розпилення розчину і головку пальника, оскільки забруднений солями пальник може спричинити проникання полум'я в середину пальника.

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: чавун, сталь, нікель, фотометричний метод, гравіметричний метод, атомно-абсорбційний метод, наважка, похибка, градувальний графік, розчин, стандартний зразок.

Редактор Л. Ящук
Верстальник Т. Олексюк

Підписано до друку 25.04.2016. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,39. Зам. *666* Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647