

**СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН  
НЕЛЕГИРОВАННЫЙ**

Методы определения никеля

Carbon steel and unalloyed cast iron,  
Methods for determination of nickel

ГОСТ

22536.9—88

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.90  
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле никеля от 0,01 до 0,50 %), гравиметрический (при массовой доле никеля от 0,1 до 0,5 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле никеля от 0,02 до 0,50 %) методы определения никеля.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22536.0—87.

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ) не превышает предела  $\Delta$ , приведенного в таблице, при выполнении условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ) значения  $d_2$  ( $d_3$ ), приведенного в таблице;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли никеля не должно отличаться от аттестованного более чем на допустимое (при доверительной вероятности  $P=0,85$ ) значение  $\delta$ , приведенное в таблице.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли никеля. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ) значения  $d$ , приведенного в таблице.

Массовая доля никеля, %	$\Delta$ , %	Допускаемые расхождения, %			$\delta$ , %
		$d_x$	$d_s$	$d_{\Sigma}$	
От 0,01 до 0,02 включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Св. 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
» 0,10 » 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

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

2.1. Определение никеля (0,01—0,5 %) в сталях и чугунах с массовой долей марганца до 2 %.

2.1.1. Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в аммиачной среде в присутствии бромистого и бромноватокислого калия и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 530 нм.

### 2.1.2. Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4 и 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84 и разбавленная 3:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:4.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор с массовой концентрацией 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 ректификованный по ГОСТ 18300—72.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>: 10 г диметилглиоксима растворяют в этиловом 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.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

## ИСПОЛНИТЕЛИ

Д. К. Нестеров, канд. техн. наук; С. И. Рудюк, канд. техн. наук; С. В. Спирина, канд. хим. наук (руководитель темы); В. Ф. Коваленко, канд. техн. наук; Н. Н. Гриценко, канд. хим. наук; Л. И. Березовая; О. М. Киржнер

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.08.88 № 3018

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 22536.9—77

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 849—70	2.1.2, 4.2	ГОСТ 5828—77	2.1.2, 2.2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	2.1.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 5845—79	2.2.2
ГОСТ 3652—69	2.1.2, 3.2	ГОСТ 11125—84	2.1.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3760—79	2.1.2, 3.2	ГОСТ 13610—79	2.1.2, 4.2
ГОСТ 4160—74	2.1.2	ГОСТ 14261—77	3.2, 4.2
ГОСТ 4204—77	2.1.2	ГОСТ 18300—87	2.1.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2.2	ГОСТ 19522—74	3.2
ГОСТ 4457—74	2.1.2	ГОСТ 20478—75	2.2.2
ГОСТ 4461—77	2.1.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 22536.0—87	1.1
ГОСТ 5457—75	4.2	ГОСТ 24364—80	2.2.2
ГОСТ 5817—77	3.2	ГОСТ 25336—82	3.2

Никель первичный по ГОСТ 849—70.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 1,000 г металлического никеля растворяют при умеренном нагревании в 35 см<sup>3</sup> азотной кислоты (3:2), приливают 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), выдаривают 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 А содержит 0,001 г никеля.

Раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор В: 50 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,00005 г никеля.

### 2.1.3. Проведение анализа

Навеску пробы 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>, растворяют в 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4) при умеренном нагревании и окисляют азотной кислотой, прибавляя ее по каплям до прекращения вспенивания раствора. После охлаждения, если 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.

Раствор фильтруют через сухой фильтр в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, отбрасывая две первые порции фильтрата. Две аликвотные 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 бромноватокислого 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 диметилглиоксима, в другую — 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 фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 530—550 нм.

В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую все реактивы, кроме диметилглиоксима.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе, и проведенным через все стадии анализа.

#### 2.1.4. Построение градуировочного графика

2.1.4.1. При массовой доле никеля 0,01—0,05 %.

В семь стаканов вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 0,5 г карбонильного железа. В шесть из них добавляют стандартный раствор В в количестве 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup>, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000100; 0,000150; 0,000250 и 0,000300 г никеля. Седьмой стакан служит для приготовления раствора сравнения. Далее проводят анализ как приведено в п. 2.1.3.

2.1.4.2. При массовой доле никеля 0,05—0,50 %.

В семь стаканов вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 0,5 г карбонильного железа. В шесть из них добавляют стандартный раствор В в количестве 2; 5; 10; 15; 20; 30 см<sup>3</sup>, что соответствует 0,0002; 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,0020; 0,0030 г никеля. Седьмой стакан служит для приготовления раствора сравнения. Далее проводят анализ как приведено в п. 2.1.3.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы никеля строят градуировочный график. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля никеля.

2.2. Определение никеля (0,05—0,50 %) в сталях и чугунах с массовой долей марганца до 1 %.

2.2.1. Метод основан на образовании окрашенного в коричнево-красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии надсернистого аммония и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 440 нм. Мешающее влияние железа устраняют переводением его в винно-кислый комплекс.

#### 2.2.2. Аппаратура и реактивы

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм<sup>3</sup> или калия гидроксид по ГОСТ 24364—80 раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup> в растворе гидроксида натрия или гидроксида калия с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

#### 2.2.3. Проведение анализа

Навеску пробы 0,5 г (при массовой доле никеля 0,05—0,20 %) и 0,2 г (при массовой доле никеля 0,2—0,5 %) помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup> и растворяют как приведено в п. 2.1.3.

После растворения навески раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. При анализе чугунов или в случае выпадения в осадок кремниевой кислоты

часть раствора фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Две аликвотные части раствора по 10 см<sup>3</sup> помещают в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают последовательно в каждую колбу 20 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора калия-натрия виннокисло-го, 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (или гидроксида калия), 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония, тщательно перемешивая после прибавления каждого реактива. В одну из колб приливают 10 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима. Через 3—5 мин содержимое колбы доводят до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 440 нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 430—450 нм. В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую все реактивы кроме диметилглиоксима.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе, и проведенным через все стадии анализа.

#### 2.2.4. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 0,5 или 0,2 г карбонильного железа в зависимости от навески пробы. В пять из них добавляют стандартный раствор Б в количестве 2; 3; 5; 8; 12 см<sup>3</sup>, что соответствует 0,0002; 0,0003; 0,0005; 0,0008; 0,0012 г никеля. Шестой стакан служит для приготовления раствора сравнения. Далее проводят анализ как приведено в п. 2.2.3.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы никеля строят градуировочный график. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля никеля.

2.3. Отделение марганца в виде диоксида при определении никеля (0,05—0,50 %) в сталях и чугунах с массовой долей марганца выше 1 %.

Навеску пробы массой 0,5 или 0,2 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), при умеренном нагревании. После растворения навески приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и в избыток 2—3 см<sup>3</sup>. Раствор кипятят, смывают стенки стакана водой, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и упаривают до паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при нагревании. К раствору прибавляют 1 г бромноватоокислого калия, нагревают до кипения и кипятят в течение 5 мин.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильт-

руют через сухой плотный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть 25 см<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 5—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и упаривают до паров серной кислоты, обработку соляной кислотой проводят еще два раза. Раствор упаривают до появления паров серной кислоты, приливают 1 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 10 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Далее анализ проводят по п. 2.2.3.

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. 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 пробы, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли никеля приведены в таблице.

2.4.3. Метод применяют при разногласиях в оценке качества углеродистой стали и легированного чугуна.

### 3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении никеля диметилглиоксимом в аммиачной среде в присутствии винной кислоты для связывания железа и взвешивании полученного осадка в виде закиси никеля или диметилглиоксимата никеля.

#### 3.2. Аппаратура и реактивы

Электропечь типа СНОЛ, обеспечивающая регулировку температуры с точностью  $\pm 10$  °С.

Электрошкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ, обеспечивающий регулировку температуры с точностью  $\pm 10$  °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:20 и 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:100.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652—69, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522—74, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77: 1 г реактива растворяют в 100 см<sup>3</sup> этилового спирта.

### 3.3. Проведение анализа

Навеску стали или чугуна массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup> и растворяют в 40—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), при умеренном нагревании.

После растворения навески приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и 2—3 капли в избыток.

Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), выпаривают досуха и охлаждают.

После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), нагревают до растворения солей, прибавляют 100 см<sup>3</sup> горячей воды и фильтруют (если образовался осадок кремниевой кислоты и графита) через фильтр «белая лента». Фильтр с осадком промывают несколько раз горячей соляной кислотой (1:20) до полного удаления ионов железа (контроль проводят по реакции с роданистым аммонием). Фильтр с осадком отбрасывают.

Фильтрат доводят до объема 300—350 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты или 20 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты, осторожно нейтрализуют раствором аммиака до появления слабого запаха и приливают 10 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима при постоянном перемешивании.

Раствор с осадком диметилглиоксимата никеля нагревают до 60—70 °С, дают постоять в теплом месте 2—3 ч, после чего фильтруют через фильтр «белая лента».

Стакан обмывают над фильтром 2—3 раза холодным раствором аммиака (1:100) и промывают фильтр с осадком 1—2 раза тем же раствором. Осадок на фильтре растворяют в 30 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (1:1) и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение. После этого проводят повторное осаждение никеля, как приведено выше.

Промытый осадок диметилглиоксимата никеля вместе с фильтром заворачивают в другой слегка увлажненный фильтр, помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы при 800 °С и взвешенный, фильтр с осадком высушивают в тигле, осторожно озоляют, не допуская воспламенения, после чего прокаливают в электропечи при 650—700 °С до постоянной массы. Охлаждают тигель с осадком в эксикаторе и взвешивают. Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.



Определение никеля допускается заканчивать взвешиванием высушенного осадка диметилглиоксимата никеля (при массовой доле никеля в стали менее 0,2 %). В этом случае осадок отфильтровывают на стеклянный фильтрующий тигель № 3, предварительно высушенный и доведенный до постоянной массы. Стенки стакана и осадок обмывают раствором аммиака (1:100) и 5—6 раз теплой водой. Тигель с осадком помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 110—120 °С до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю никеля ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса тигля с осадком закиси никеля или диметилглиоксимата никеля, г;

$m_2$  — масса тигля без осадка, г;

$m_3$  — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

$m_4$  — масса тигля без осадка, г;

$K$  — коэффициент равный 0,2032 при пересчете диметилглиоксимата никеля на никель и 0,7858 при пересчете закиси никеля на никель;

$m$  — масса навески пробы, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли никеля приведены в таблице.

## 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами никеля, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламени воздух—ацетилен.

### 4.2. Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения никеля.

Ацетилен растворенный и газообразный по ГОСТ 5457—75.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, или баллон со сжатым воздухом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79,

раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>: 50 г карбонильного железа растворяют в 400 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), прибавляют по каплям азотную кислоту до окончания вспенивания, упаривают до влажных солей, прибавляют 40—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Эту операцию повторяют. Соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют раствор через фильтр средней плотности.

Никель первичный по ГОСТ 849—70.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 0,5000 г металлического никеля растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной и 10 см<sup>3</sup> азотной кислот. 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 (готовят непосредственно перед применением): 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

#### 4.3. Подготовка прибора

Подготовку прибора к анализу проводят в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

Настраивают спектрофотометр на резонансную линию 232 нм. После включения подачи газа и зажигания горелки распыляют воду в пламени и устанавливают нулевое показание прибора.

#### 4.4. Проведение анализа

4.4.1. Навеску стали или чугуна массой 1 г (при массовой доле никеля от 0,02 до 0,1 %) или 0,5 г (при массовой доле никеля от 0,1 до 0,2 %) или 0,2 г (при массовой доле никеля от 0,2 до 0,5 %) помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 20—30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр «белая лента», отбрасывая первые две порции фильтрата. Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают раствор карбонильного железа и проводят через все стадии анализа.

Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, а затем анализируемые растворы в порядке увеличения массовой доли 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 оптической плотности каждого испытуе-

мого раствора вычитают среднее значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу никеля находят по градуировочному графику.

#### 4.4.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 20, 10 или 4 см<sup>3</sup> раствора карбонильного железа в зависимости от навески пробы, в шесть приливают последовательно 1,5; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 12,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00015; 0,00030; 0,00050; 0,00070; 0,00100; 0,00125 г никеля. Седьмая колба служит для проведения контрольного опыта. Содержимое колб доводят до метки водой, перемешивают и дальнейший анализ проводят по п. 4.4.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы никеля строят градуировочный график.

#### 4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю никеля ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса никеля в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы, г.

Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли никеля приведены в таблице.