
**ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(ЕАСС)**

**EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)**



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ**

**ГОСТ
12352 —
202_**
*(Проект,
первая редакция)*

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И
ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**
Методы определения никеля

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения

**Москва
Российский институт стандартизации
202**

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 120 «Чугун, сталь, прокат»

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от _____ № _____)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| | | |

4 ВЗАМЕН ГОСТ 12352-81

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случаях пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

Содержание

| | |
|---|--|
| 1 Область применения..... | |
| 2 Нормативные ссылки..... | |
| 3 Термины и определения..... | |
| 4 Обозначения и сокращения | |
| 5 Общие требования | |
| 6 Фотометрический метод определения никеля | |
| 7 Гравиметрический метод определения никеля | |
| 8 Атомно-абсорбционный метод определения никеля | |
| 9 Контроль стабильности градуировочных характеристик..... | |
| 10 Выполнение измерений, контроль приемлемости результатов | |
| 11 Контроль качества результатов измерений | |
| 12 Оформление результатов измерений | |
| 13 Контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости..... | |
| 14 Требования к квалификации персонала | |
| 15 Требования к безопасности | |
| Приложение А (обязательное) Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и нормативы контроля | |

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения никеля

Alloyed and stainless steels and alloys. Methods of nickel determination

Дата введения — 202 — —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы для определения массовой доли никеля в легированных и нержавеющей сталях и сплавах:

фотометрический – при массовой доле никеля от 0,01 % до 4,0 %;

гравиметрический – при массовой доле от 0,5 % до 45,0 %;

атомно-абсорбционный – при массовой доле от 0,1 % до 15,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004¹⁾ Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 849 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

¹⁾ Применение ГОСТ 12.0.004-2015 в Российской Федерации прекращено до 1 сентября 2026 г. Пользоваться постановлением Правительства Российской Федерации от 24 декабря 2021 г. N 2464 «О порядке обучения по охране труда и проверки знания требований охраны труда».

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4160 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4457 Реактивы. Калий бромновато-кислый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5817 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 5828 Реактивы. Диметилглиоксим. Технические условия

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 7172 Реактивы. Калий пироксерноокислый

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13610 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19522 Аммоний роданистый технический. Технические условия

ГОСТ 20478 Реактивы. Аммоний надсерноокислый. Технические условия

ГОСТ 28473 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 34951 Сталь. Определение и классификация по химическому составу и классам качества

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана

ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины по ГОСТ 34951, РМГ 29 [1], РМГ 61 [2], РМГ 91 [3], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 аликвотная часть (раствора): Объем раствора, номинально необходимый для проведения анализа по конкретной методике, кратный объему раствора, подготовленного для анализа.

3.2 навеска (стали/сплава): Часть пробы стали (сплава) установленной массы, которая используется для единичного измерения.

3.3 стандартный образец материала (вещества); СО: Материал (вещество), одно или несколько свойств которого установлены метрологически обоснованными процедурами, к которому приложен документ, выданный уполномоченным органом, содержащий значения этих свойств с указанием характеристик погрешностей (неопределенностей) и утверждение о прослеживаемости.

3.4 государственный стандартный образец; ГСО: Стандартный образец материала (вещества), признанный национальным органом по стандартизации, метрологии и сертификации в государствах, принявших настоящий стандарт, осуществляющим функции в сфере технического регулирования и метрологии.

3.5 стандартный образец предприятия; СОП: Стандартный образец материала (вещества), признанный руководством предприятия.

3.6 градуировочная характеристика: Функциональная зависимость аналитического сигнала от содержания элемента, выраженная в виде формулы, графика или таблицы.

3.7 характеристика погрешности результатов анализа: Граница интервала, в котором погрешность измерений находится с доверительной вероятностью 0,95.

3.8 неопределенность измерений: Параметр, связанный с результатом измерений и характеризующий рассеяние значения, которые можно приписать измеримой величине.

3.9 расширенная неопределенность: Величина, определяемая интервалом вокруг математического ожидания результатов измерений, охватывающим большую

долю распределения значений, которые обоснованно могут быть приписаны измеряемой величине.

3.10 повторяемость (сходимость): Прецизионность в условиях, при которых результаты измерений получены одним методом, с использованием одного оборудования, на одной поверхности пробы, в одной лаборатории, одним и тем же оператором и практически одновременно.

3.11 внутрилабораторная прецизионность: Прецизионность в условиях, при которых результаты измерений получают при вариации всех факторов, формирующих разброс результатов при применении методики в конкретной лаборатории.

3.12 воспроизводимость: Прецизионность в условиях, при которых результаты измерений получены одним методом на идентичных объектах испытаний в различных лабораториях.

3.13 предел повторяемости (сходимости): Допускаемое для принятой вероятности $P = 0,95$ расхождение между наибольшим и наименьшим из результатов двух единичных измерений, полученных в условиях повторяемости.

3.14 критический диапазон: Допускаемое для принятой вероятности $P = 0,95$ расхождение между результатами n единичных измерений, полученных в условиях повторяемости.

3.15 предел внутрилабораторной прецизионности: Допускаемое для принятой вероятности $P = 0,95$ расхождение между двумя результатами измерений, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности.

3.16 предел воспроизводимости: Допускаемое для принятой вероятности $P = 0,95$ расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях воспроизводимости.

3.17 норматив контроля: Числовое значение, являющееся критерием для признания контролируемого показателя качества результатов измерения соответствующим (или не соответствующим) установленным требованиям

4 Обозначения и сокращения

В настоящем стандарте применены следующие обозначения и сокращения:

ГСО – государственный стандартный образец;

СО – стандартный образец;

СОП – стандартный образец предприятия;

m – масса навески стали (сплава);

m_1 – масса никеля, определенная по градуировочному графику;

$m_{д1}$ – масса осадка диметилглиоксимата никеля в анализируемой пробе;

$m_{д2}$ – масса осадка диметилглиоксимата никеля в контрольном опыте;

C – значение массовой доли химического элемента;

C_0 – значение массовой доли химического элемента в СО (пробе), полученное при построении градуировочной характеристики;

\bar{C} – результат анализа;

X – массовая доля никеля;

r – предел повторяемости (сходимости) результатов измерений для двух параллельных определений;

$CR_{0,95}$ – критический диапазон результатов измерений для трех параллельных определений;

$\delta_{ст}$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики;

K_T – норматив контроля правильности результатов измерений;

R_l – предел внутрिलाбораторной прецизионности;

R – предел воспроизводимости;

Δ – характеристика погрешности результата анализа, $P = 0,95$;

u – неопределенность результата измерения;

U – расширенная неопределенность результата измерений.

5 Общие требования

Общие требования к методам анализа – в соответствии с ГОСТ 28473.

6 Фотометрический метод определения никеля

6.1 Определение никеля (0,01 % – 0,5 %) в сталях (сплавах) с массовой долей меди до 1,0 %, кобальта до 1,0 % и марганца до 2,0 %.

6.1.1 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.

6.1.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и растворы

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений, технические средства, реактивы и растворы:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 и разбавленная в соотношении 1:4;
- кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125;
- кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная в соотношении 1:5;
- смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3;
- кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³;
- калий бромистый по ГОСТ 4160;
- калий бромноватокислый по ГОСТ 4457;
- раствор бромистого и бромноватокислого калия, приготовленный в соответствии с 6.1.3.1;
- аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный в соотношении 3:2;
- спирт этиловый по ГОСТ 18300;
- диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³, приготовленный в соответствии с 6.1.3.2;
- железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610.
- никель металлический по ГОСТ 849;
- никель сернокислый, стандартный раствор, приготовленный в соответствии с 6.1.3.3;
- фильтр «красная лента»;
- фильтр «белая лента».

6.1.3 Подготовка к выполнению измерений

6.1.3.1 Раствор бромистого и бромноватокислого калия

Для приготовления раствора: 39 г бромистого калия и 10 г бромноватокислого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

6.1.3.2 Раствор диметилглиоксима с массовой концентрацией 10 г/дм³

Для приготовления раствора: 10 г диметилглиоксима растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают; перед употреблением раствор фильтруют.

6.1.3.3 Стандартный раствор никеля сернокислого

Для приготовления раствора: 0,1 г металлического никеля растворяют в 15–20 см³ азотной кислоты, приливают 30 см³ серной кислоты (разбавленной в соотношении 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.

6.1.4 Выполнение анализа

6.1.4.1 Навеску стали (сплава) массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200–250 см³, растворяют при нагревании в 30 см³ серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:5) и окисляют азотной кислотой, прибавляя ее по каплям.

Если сталь (сплав) не растворяется в серной кислоте (разбавленной в соотношении 1:5), навеску растворяют в 30 см³ смеси азотной и соляной кислот (в соотношении 1:3).

Затем приливают 30 см³ серной кислоты (разбавленной в соотношении 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.

6.1.4.2 Две аликвотные части раствора объемом по 25 см³ помещают в мерные колбы вместимостью 100 см³ и при постоянном перемешивании последовательно приливают в каждую мерную колбу 20 см³ раствора лимонной кислоты, 5 см³ соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:4), 10 см³ раствора бромистого и бромноватокислого калия и через 2–3 мин 25 см³ раствора аммиака (разбавленного в соотношении 3:2). Растворы перемешивают и сразу охлаждают (под проточной водой) до температуры от 15 °С до 25 °С.

6.1.4.3 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.

Через 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.

6.1.4.4 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.

6.1.5 Построение градуировочного графика

6.1.5.1 Для сталей (сплавов) с массовой долей никеля от 0,01 % до 0,05 % в шесть стаканов вместимостью 200–250 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или по 0,5 г стали (сплава), близкой по химическому 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. Далее анализ проводят в соответствии с 6.1.4.

6.1.5.2 Для сталей (сплавов) с массовой долей никеля от 0,05 % до 0,5 % в пять стаканов вместимостью 200–250 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или по 0,5 г стали (сплава), близкой по химическому 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 в соответствии с 6.1.4.

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

6.2 Определение никеля (0,1 % – 4,0 %) в сталях (сплавах) с массовой долей меди до 2,0 %, кобальта до 1,5 % и марганца до 2,0 %.

6.2.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя

надсернистого аммония и измерении светопоглощения раствора при длине волны 440 нм.

6.2.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и растворы

При выполнении анализа применяют следующие оборудование, реактивы и растворы

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- калий-натрий виннокислый (4-водный) по ГОСТ 5845, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³;
- натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³;
- аммоний надсернистый (персульфат аммония) по ГОСТ 20478, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³;
- диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³ в растворе гидрата окиси натрия с массовой концентрацией 50 г/дм³, приготовленный в соответствии с 6.2.3;
- остальные реактивы и растворы в соответствии с 6.1.2.

6.2.3 Подготовка к выполнению измерений

Раствор диметилглиоксима с массовой концентрацией 10 г/дм³ в растворе гидрата окиси натрия с массовой концентрацией 50 г/дм³

Для приготовления раствора: 10 г диметилглиоксима растворяют в 500 см³ раствора гидрата окиси натрия с массовой концентрацией 50 г/дм³. Полученный раствор разбавляют до объема 1 дм³ раствором гидрата окиси натрия с массовой концентрацией 50 г/дм³. Перед употреблением раствор фильтруют через фильтр «красная лента».

6.2.4 Выполнение анализа

6.2.4.1 Навеску массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250–300 см³, растворяют при нагревании в 30 см³ серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:5) и окисляют азотной кислотой, прибавляя ее по каплям.

Если сталь (сплав) не растворяется в серной кислоте (разбавленной в соотношении 1:5), навеску растворяют в 30 см³ смеси азотной и соляной кислот (в соотношении 1:3).

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 «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

6.2.4.2 Две аликвотные части раствора объемом по 10 см³ помещают в мерные колбы вместимостью 100 см³, добавляют 20–30 см³ воды и 2–3 капли азотной кислоты.

6.2.4.3 Далее, при постоянном перемешивании, в каждую колбу приливают по 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.

6.2.4.4 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.

6.2.5 Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью 200–250 см³ помещают по 0,1 г карбонильного железа или стали (сплава), близкой по химическому 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. 6.2.3.

В качестве раствора сравнения используют раствор железа или стали (сплава) 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.

6.3 Обработка результатов

Массовую долю никеля X , в процентах, вычисляют по формуле

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

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

m – масса навески стали (сплава), соответствующая аликвотной части раствора, г.

7 Гравиметрический метод определения никеля

7.1 Сущность метода

Метод основан на осаждении никеля спиртовым раствором диметилглиоксима в слабоаммиачной среде, высушивании полученного осадка диметилглиоксимата никеля при температуре (120 ± 5) °С и взвешивании.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и растворы

При выполнении анализа применяют следующие технические средства, реактивы и растворы:

- кислота соляная по ГОСТ 3118 или по ГОСТ 14261 и разбавленная в соотношении 1:1, 1:4, 1:10, 1:1000;
- кислота азотная по ГОСТ 4461 или по ГОСТ 11125;
- кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484;
- кислота серная по ГОСТ 4204 или по ГОСТ 14262 и разбавленная в соотношении 1:1, 1:4;
- кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм³;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, насыщенный раствор;

- аммоний надсерноокислый по ГОСТ 20478, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³;

- аммоний роданистый по ГОСТ 19522, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³;

- натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³;

- диметилглиоксим по ГОСТ 5828, этанольный раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³, приготовленный в соответствии с 7.3;

- спирт этиловый по ГОСТ 18300 и разбавленный в соотношении 1:3;

- тиацетамид, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³;

- калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172;

- индикатор универсальный, бумага.

7.3 Подготовка к выполнению измерений

Эталонный раствор диметилглиоксима с массовой концентрацией 10 г/дм³

Для приготовления раствора: 10 г диметилглиоксима растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают, перед употреблением раствор фильтруют.

10 см³ раствора достаточно для осаждения 0,025 г никеля.

7.4 Выполнение анализа

7.4.1 Отбирают навеску стали (сплава) массой, в зависимости от массовой доли никеля, в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

| Массовая доля никеля, % | Масса навески стали (сплава), г |
|-------------------------|---------------------------------|
| От 0,50 до 2,00 включ. | 2 |
| Св. 2,00 » 4,00 включ. | 1 |
| » 4,00 » 10,0 включ. | 0,5 |
| » 10,0 » 30,0 включ. | 0,2 |
| » 30,0 » 45,0 включ. | 0,1 |

7.4.2 Определение никеля в сталях (сплавах) с массовой долей меди до 0,50 % и не содержащих кобальт и вольфрам

7.4.2.1 Навеску стали помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 25–30 см³ соляной кислоты, окисляют 5–7 см³ азотной кислоты, добавляя ее по каплям, и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку приливают

10 см³ соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), выпаривают досуха и выдерживают не менее 1 ч при температуре 130 °С.

7.4.2.2 После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), нагревают до растворения солей, прибавляют 100–150 см³ горячей воды, нагревают до кипения и сразу фильтруют через фильтр «белая лента».

Фильтр с осадком три раза промывают горячей соляной кислотой (разбавленной в соотношении 1:10) и затем горячей соляной кислотой (разбавленной в соотношении 1:1000) до полного удаления ионов железа (контроль проводят по реакции с роданистым аммонием). Полученный основной фильтрат сохраняют для дальнейшего хода анализа.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и сжигают. К осадку в тигле добавляют 2–5 см³ фтористоводородной кислоты и 0,5 см³ серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), упаривают до удаления паров серной кислоты, остаток сплавляют с 2–3 г пиросернокислого калия.

Плав выщелачивают горячей водой в стакане, добавляют 5 см³ соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и раствор фильтруют через фильтр «белая лента». Осадок промывают 2–3 раза теплой водой. Фильтр отбрасывают, фильтрат присоединяют к основному фильтрату.

7.4.2.3 К объединенному фильтрату прибавляют 40 см³ раствора винной кислоты и аммиак до уровня pH 8–9 (здесь и далее контроль pH ведут по универсальному индикатору). Раствор разбавляют водой до объема 400 см³, подкисляют соляной кислотой (разбавленной в соотношении 1:4) до уровня pH 4–6, подогревают до температуры 50 °С, прибавляют 25–30 см³ раствора диметилглиоксима и при постоянном перемешивании аммиак до уровня pH 8–9.

После отстаивания осадка проверяют полноту осаждения никеля добавлением раствора диметилглиоксима. Раствор с осадком оставляют стоять не менее 1 ч при температуре от 40 °С до 60 °С. Затем осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают горячей водой до полного удаления ионов железа.

Осадок на фильтре растворяют в горячей соляной кислоте (разбавленной в соотношении 1:1), фильтр промывают горячей водой. Раствор разбавляют водой до объема 400 см³ и повторяют осаждение никеля, добавляя 5–15 см³ раствора винной кислоты, 10–25 см³ раствора диметилглиоксима и аммиак до уровня pH 8–9.

Раствор с осадком оставляют стоять в течение 1 ч при температуре от 40 °С до 60 °С. Осадок отфильтровывают через высушенный при температуре (120±5) °С до постоянной массы и взвешенный стеклянный фильтрующий тигель № 3, промывают теплой водой и 3–4 раза этиловым спиртом (разбавленным в соотношении 1:3).

Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при температуре (120±5) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7.4.3 Определение никеля в сталях (сплавах), содержащих кобальт, с массовой долей меди до 0,50 % и не содержащих вольфрам.

7.4.3.1 Навеску стали (сплава) растворяют в 25–50 см³ соляной кислоты и до получения объединенного фильтрата определение проводят в соответствии с 7.4.2.

7.4.3.2 К объединенному фильтрату прибавляют 20–25 см³ насыщенного раствора хлористого аммония, 20–40 см³ раствора винной кислоты, аммиак до уровня pH 9–10 и затем добавляют 5 см³ аммиака в избыток. К раствору приливают 20 см³ раствора надсернистого аммония, кипятят в течение 10–12 мин, после охлаждения разбавляют водой до объема 400 см³ и прибавляют соляную кислоту (разбавленную в соотношении 1:4) до уровня pH 4–6.

Раствор нагревают до температуры 50 °С, приливают 25–50 см³ раствора диметилглиоксима и при постоянном перемешивании раствор аммиака до уровня pH 8–9. После прекращения выпадения осадка добавляют еще 30–40 см³ раствора диметилглиоксима для образования растворимой соли глиоксимата кобальта.

Раствор с осадком оставляют стоять при температуре от 40 °С до 60 °С в течение 1 ч.

7.4.3.3 Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 5–6 раз теплой водой до полного удаления ионов железа. Осадок растворяют на фильтре раствором горячей соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1), фильтр промывают 5–7 раз горячей водой, собирая фильтрат в стакан, в котором проводилось осаждение.

К раствору приливают 10–20 см³ насыщенного раствора хлористого аммония, 5 см³ винной кислоты, раствор аммиака до уровня pH 9–10, разбавляют водой до объема 350–400 см³ и приливают соляную кислоту (разбавленную в соотношении 1:4) до уровня pH 4–6.

Раствор нагревают до температуры 50 °С, приливают 25–30 см³ раствора диметилглиоксима и при постоянном перемешивании раствор аммиака до уровня pH 8–9.

После прекращения выпадения осадка добавляют 10–20 см³ раствора диметилглиоксима.

Раствор с осадком оставляют стоять при температуре от 40 °С до 60 °С в течение 1 ч.

7.4.3.4 Осадок отфильтровывают через высушенный при температуре (120±5) °С до постоянной массы и взвешенный стеклянный фильтрующий тигель № 3, промывают теплой водой и 3–4 раза этиловым спиртом (разбавленным в соотношении 1:3). Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при температуре (120±5) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7.4.4. Определение никеля в сталях (сплавах), содержащих вольфрам, с массовой долей меди до 0,50 % и не содержащих кобальт.

7.4.4.1 Навеску стали (сплава) помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты и окисляют 5–7 см³ азотной кислоты, добавляя ее по каплям.

7.4.4.2 Раствор с осадком нагревают до температуры 50 °С, через 5 мин разбавляют горячей водой до объема 200–300 см³, кипятят и фильтруют через фильтр «синяя лента». Осадок промывают 5–7 раз горячей соляной кислотой (разбавленной в соотношении 1:10). Фильтрат (основной) сохраняют.

7.4.4.3 Осадок вольфрамовой кислоты на фильтре растворяют 50 см³ горячего раствора гидрата окиси натрия и фильтр промывают 5–7 раз горячей водой. Раствор отбрасывают.

Фильтр промывают 5–7 раз горячей соляной кислотой (разбавленной в соотношении 1:1), присоединяя промывные воды к основному фильтрату. Фильтр отбрасывают.

Полученный раствор выпаривают досуха, остаток смачивают соляной кислотой, выпаривают досуха и выдерживают не менее 1 ч при температуре 130 °С, далее анализ проводят в соответствии с 7.4.2.2.

7.4.5 Определение никеля в сталях (сплавах) с массовой долей меди свыше 0,50% и не содержащих кобальт и вольфрам.

7.4.5.1 Навеску стали (сплава) помещают в стакан вместимостью 400–500 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты, окисляют 5–7 см³ азотной кислоты, добавляя ее по каплям. К раствору приливают 30 см³ серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:4) и выпаривают до паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, разбавляют водой до объема 150–200 см³, приливают 30–40 см³ раствора тиацетамида и кипятят до полной коагуляции осадка. Через 5–10 мин осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 7–8 раз горячей водой.

К фильтрату приливают 5 см³ надсернистого аммония, кипятят до разложения тиацетамида и избытка надсернистого аммония. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» и далее анализ проводят в соответствии с 7.4.2.3.

7.4.6. Определение никеля в сталях (сплавах), содержащих вольфрам, медь и кобальт

7.4.6.1 Навеску стали (сплава) помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты, окисляют 5–7 см³ азотной кислоты, добавляя ее по каплям.

Раствор с осадком нагревают до температуры 50 °С, через 5 мин разбавляют горячей водой до объема 200–300 см³, кипятят и фильтруют через фильтр «синяя лента». Осадок промывают 5–7 раз горячей соляной кислотой (разбавленной в соотношении 1:10). Фильтрат выпаривают досуха.

7.4.6.2 Остаток смачивают соляной кислотой, выпаривают досуха и выдерживают не менее 1 ч при температуре 130 °С. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты (разбавленной в соотношении 1:1) и до получения объединенного фильтрата определение проводят в соответствии с 7.4.2.

7.4.6.3 К объединенному фильтрату прибавляют 30 см³ серной кислоты (разбавленной в соотношении 1:4) и выпаривают до появления паров серной кислоты, далее анализ проводят по 7.4.5 до разложения тиацетамида и избытка надсернистого аммония.

Раствор фильтруют через фильтр «белая лента», промывают 4–6 раз горячей водой, прибавляют 20–30 см³ соляной кислоты и заканчивают анализ в соответствии с 7.4.3.2–7.4.3.4.

7.5 Обработка результатов

Массовую долю никеля X , в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_{д1} - m_{д2}) \cdot 0,2032}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где $m_{д1}$ – масса осадка диметилглиоксимата никеля в анализируемой пробе, г;

$m_{д2}$ – масса осадка диметилглиоксимата никеля в контрольном опыте, г;

m – масса навески стали (сплава), г;

0,2032 – коэффициент пересчета с диметилглиоксимата никеля на никель.

8 Атомно-абсорбционный метод определения никеля

8.1 Сущность метода

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

8.2. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и растворы

При выполнении анализа применяют следующее оборудование, реактивы и растворы:

- атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр;
- лампа с полым катодом для определения никеля;
- баллон с ацетиленом;
- компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха или баллон со сжатым воздухом;
- кислота соляная по ГОСТ 31187 или по ГОСТ 14261;
- кислота азотная по ГОСТ 4461 или по ГОСТ 11125;
- никель металлический по ГОСТ 849;
- стандартные растворы никеля А и Б, приготовленные в соответствии с 8.3.1.

8.3. Подготовка к выполнению измерений

8.3.1 Стандартные растворы никеля

8.3.1.1 Стандартный раствор никеля А

Для приготовления раствора: 0,5 г металлического никеля растворяют в 10 см³ соляной и 10 см³ азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г никеля.

8.3.1.1 Стандартный раствор никеля Б

Для приготовления раствора: 20 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г никеля.

8.3.2 Подготовка прибора

Подготовку прибора проводят в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

Спектрофотометр настраивают на резонансную линию 232 нм или 341,5 нм в зависимости от массовой доли никеля в стали (сплаве) по таблице 2.

Таблица 2

| Массовая доля никеля, % | Масса навески, г | Аналитическая линия, нм |
|-------------------------|------------------|-------------------------|
| От 0,10 до 0,50 включ. | 0,2 | 232,0 |
| Св. 0,50 » 1,0 включ. | 0,1 | 232,0 |
| » 1,0 » 5,0 включ. | 0,2 | 232,0 |
| » 5,0 » 15,0 включ. | 0,1 | 341,5 |

После включения системы подачи газов и зажигания горелки распыляют воду в пламя и устанавливают нуль прибора.

8.4. Выполнение анализа

8.4.1 Массу навески стали (сплава) в зависимости от массовой доли никеля определяют по таблице 2.

8.4.2 Навеску стали (сплава) помещают в стакан вместимостью 100–150 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ соляной и 5–7 см³ азотной кислот. Раствор выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в 3–5 см³ соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Часть раствора фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в коническую колбу, отбрасывая первые две порции фильтрата.

При массовой доле никеля в стали свыше 1,0 % аликвотную часть раствора объемом 10 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 3–5 см³ соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается другое разбавление растворов таким образом, чтобы окончательная концентрация никеля находилась в интервале, соответствующем прямолинейному участку градуировочного графика.

Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, а затем испытуемые растворы в порядке увеличения концентрации 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 абсорбции каждого из испытуемых растворов вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта. Массовую долю никеля находят по градуировочному графику.

8.4.3 Построение градуировочного графика

8.4.3.1 Построение градуировочного графика при массовой доле никеля в стали (сплаве) от 0,10 % до 5,0 %

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ приливают по 3–5 см³ соляной кислоты. В пять колб приливают последовательно 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б никеля.

Шестую колбу используют для проведения контрольного опыта.

Растворы доливают до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность поглощения при длине волны 232 нм. Растворы распыляют в пламя в порядке увеличения концентрации никеля, начиная с контрольного опыта. Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют воду.

Из среднего значения абсорбции каждого анализируемого раствора вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта.

По найденным значениям абсорбции растворов и соответствующим массам никеля строят градуировочный график.

8.4.3.2 Построение градуировочного графика при массовой доле никеля в стали (сплаве) от 5,0 % до 15,0 %

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ приливают по 3–5 см³ соляной кислоты. В пять колб последовательно приливают 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора А никеля.

Шестую колбу используют для проведения контрольного опыта.

Растворы доливают до метки водой, перемешивают и измеряют интенсивность поглощения при длине волны 341,5 нм. Растворы распыляют в пламя в порядке увеличения концентрации никеля, начиная с контрольного опыта. Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют воду.

Из среднего значения абсорбции каждого анализируемого раствора вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта.

По найденным значениям абсорбции растворов и соответствующим массам никеля строят градуировочный график.

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю никеля X , в процентах, вычисляют по формуле (1).

9 Контроль стабильности градуировочных характеристик

9.1 Контроль стабильности градуировочных характеристик осуществляют не реже одного раза в смену для верхнего и нижнего пределов диапазона измерений с помощью СО или однородных проб.

Допускается проводить контроль только для верхнего (нижнего) предела или середины диапазона измерения.

Для СО (пробы) выполняют два измерения в условиях повторяемости и проверяют приемлемость полученных результатов измерений в соответствии с пунктом 9.2.

9.2 Если результаты признаны приемлемыми, вычисляют среднее арифметическое значение массовой доли химического элемента (никеля) C , в процентах, и разность ΔC по формуле:

$$\Delta C = C_0 - C, \quad (3)$$

где C_0 – значение массовой доли химического элемента в СО (пробе), полученное при построении градуировочной характеристики, %.

9.3 Если ΔC превышает допустимое значение $\bar{\delta}_{ст}$ в соответствии с таблицей А.1, измерения повторяют. Если при повторных измерениях ΔC превышает допустимое значение, осуществляют восстановление градуировочной характеристики.

10 Выполнение измерений, контроль приемлемости результатов

10.1 Выполняют два измерения массовой доли никеля в пробе в условиях повторяемости.

10.2 Абсолютное расхождение полученных по 10.1 результатов измерений сравнивают с пределом повторяемости r в соответствии с таблицей А.1.

Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает предела r ,

$$|C_1 - C_2| \leq r \quad (4)$$

результаты признают приемлемыми и в качестве окончательно приводимого результата принимают среднее арифметическое значение двух измерений.

10.3 Если условие (4) не выполняется, проводят еще одно измерение и вычисляют разность между максимальным C_{\max} и минимальным C_{\min} результатами измерений.

Полученное значение сравнивают с критическим диапазоном $CR_{0.95}$ в соответствии с таблицей А.1.

Если абсолютное расхождение между результатами трех измерений не превышает предела $CR_{0.95}$, определенного по формуле (5),

$$|C_{\max} - C_{\min}| \leq CR_{0.95} \quad (5)$$

где C_{\max} – максимальное значение трех измерений, %;

C_{\min} – минимальное значение трех измерений, %,

то результаты признают приемлемыми и в качестве окончательно приводимого результата принимают среднее арифметическое значение трех измерений.

10.4 Если условие (5) не выполняется, результаты измерений располагают в ряд по возрастанию ($C_1 < C_2 < C_3$) и в качестве окончательного результата принимают значение второго наименьшего измерения (C_2) с последующим выяснением и устранением причин повышенного разброса результатов.

10.5 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение характеристики погрешности результата анализа $\Delta (U)$, приведенное в таблице А.1.

11 Контроль качества результатов измерений

11.1 Контроль правильности результатов анализа

11.1.1 Контроль правильности проводят по результатам воспроизведения аттестованных значений массовой доли химических элементов в ГСО или СОП. Норматив контроля правильности результатов K_T представлен в таблице А.1.

11.1.2 Число результатов при контроле правильности должно быть не менее 0,3 % общего числа определений за контролируемый период.

11.1.3 Правильность измерений считают удовлетворительной, если число расхождений результатов, превышающих допустимое значение K_T , составляет не более 5 % числа проконтролированных результатов.

11.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности результатов измерений

11.2.1 С целью контроля внутрилабораторной прецизионности результатов измерений выполняют определение массовой доли никеля в проанализированных ранее пробах, изменяя влияющие факторы (разное время, разные операторы и т.д.).

11.2.2 Число повторных измерений должно быть не менее 0,3 % общего числа измерений за контролируемый период.

11.2.3 Внутрилабораторную прецизионность результатов измерений считают удовлетворительной, если число расхождений результатов первичного и повторного анализов, превышающих допустимое значение предела внутрилабораторной прецизионности R_L , приведенное в таблице А.1, составляет не более 5 % числа проконтролированных результатов.

11.3 При соблюдении условий разделов 10 и 11 характеристика погрешности (расширенная неопределенность) результата измерений не превысит значения $\Delta (U)$, приведенного в таблице А.1.

12 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют протоколом, записью в журнале или регистрируют на электронных носителях.

Совместно с результатом измерений представляют характеристику погрешности Δ (расширенную неопределенность U) и представляют в виде

$$\bar{C} \pm \Delta (U), \quad (6)$$

где \bar{C} – результат измерения химического элемента в пробе, %;

$\Delta (U)$ – значение характеристики погрешности результата измерений (расширенная неопределенность), %.

Примечание – Вместо указания характеристики погрешности (расширенной неопределенности) допускается сопровождать результат ссылкой на настоящий стандарт.

13 Контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Результаты, полученные в двух лабораториях, признают приемлемыми, если абсолютное расхождение между ними не превышает предела воспроизводимости R , приведенного в таблице А.1.

14 Требования к квалификации персонала

Выполнение измерений может производить оператор, владеющий техникой работы с химическими реактивами и на соответствующем приборе в зависимости от применяемого метода определения никеля.

15 Требования безопасности

При выполнении измерений следует соблюдать следующие требования безопасности:

- электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;
- организацию обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004;
- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;
- требования инструкции по охране труда и промышленной безопасности, действующей в лаборатории.

Приложение А
(обязательное)

Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и нормативы контроля

Таблица А.1

В процентах

| Массовая доля химического элемента С | Доверительные границы погрешности, $\pm\Delta$ ($P = 0,95$) | Предел повторяемости r ($P = 0,95$) | Критический диапазон для трех параллельных определений $CR_{0,95}$ ($P = 0,95$) | Предел воспроизводимости R ($P = 0,95$) | Норматив контроля стабильности градуировочной характеристики $\delta_{ст}$ ($P = 0,90$) | Норматив контроля правильности K_T ($P = 0,90$) | Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности R_L ($P = 0,95$) |
|--------------------------------------|---|---|---|---|---|---|--|
| От 0,01 » 0,02 включ. | 0,003 | 0,003 | 0,004 | 0,004 | 0,003 | 0,003 | 0,004 |
| Св.0,02 » 0,05 » | 0,005 | 0,005 | 0,006 | 0,007 | 0,004 | 0,004 | 0,006 |
| » 0,05 » 0,10 » | 0,008 | 0,008 | 0,009 | 0,011 | 0,006 | 0,006 | 0,009 |
| » 0,10 » 0,20 » | 0,013 | 0,013 | 0,015 | 0,018 | 0,011 | 0,011 | 0,015 |
| » 0,20 » 0,50 » | 0,020 | 0,019 | 0,023 | 0,028 | 0,017 | 0,017 | 0,023 |
| » 0,50 » 1,0 » | 0,03 | 0,03 | 0,04 | 0,04 | 0,03 | 0,03 | 0,04 |
| » 1,0 » 2,0 » | 0,04 | 0,04 | 0,05 | 0,06 | 0,03 | 0,03 | 0,05 |
| » 2,0 » 5,0 » | 0,06 | 0,06 | 0,08 | 0,09 | 0,05 | 0,05 | 0,08 |
| » 5,0 » 10,0 » | 0,09 | 0,09 | 0,11 | 0,13 | 0,08 | 0,08 | 0,11 |
| » 10,0 » 20,0 » | 0,13 | 0,13 | 0,15 | 0,18 | 0,11 | 0,11 | 0,15 |
| » 20,0 » 45,0 » | 0,20 | 0,19 | 0,23 | 0,28 | 0,16 | 0,16 | 0,23 |

Библиография

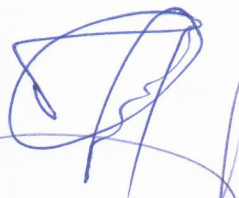
- [1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения
- [2] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
- [3] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 91–2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Использование понятий «погрешность измерения» и «неопределенность измерений». Общие принципы

УДК 669.14-194:546.74:006.354

МКС 77.080.20

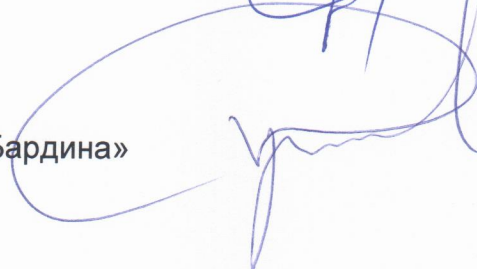
Ключевые слова: легированная сталь, нержавеющая сталь, сплав, массовая доля, никель, фотометрический метод, гравиметрический метод, атомно-абсорбционный метод

Заместитель директора НИЦ «Металтест»
ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»



К.А. Чудный

Директор ЦССМ
ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»



С.А. Горшков