

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

Издание официальное

Предисловие

1. РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2. ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3—93 от 17.02.93)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20.02.96 № 74 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.3—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4. ВЗАМЕН ГОСТ 851.3—87

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ**Методы определения никеля**

Primary magnesium
Methods for determination of nickel

ОКСТУ 1709

ОКС 77.100

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический (при массовой доле никеля от 0,0003 % до 0,0030 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле никеля от 0,0005 % до 0,0060 %) методы определения никеля в первичном магнии.

При возникновении разногласий анализ проводят фотометрическим методом.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

1.2. Массовую долю никеля определяют из двух параллельных навесок.

1.3. При построении градуировочного графика каждую точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности при атомной абсорбции.

1.4. Допускаемые расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученных двумя методами, рассчитывают по ГОСТ 25086.

1.5. При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт, указывают метод определения, а также метод и результаты контроля точности.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом, экстракции его хлороформом и последующем измерении оптической плотности экстракта.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

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

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый — по ГОСТ 3773, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Натрий лимоннокислый — по ГОСТ 22280, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Спирт этиловый — по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим — по ГОСТ 5828, этанольный раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Хлороформ по Государственной фармакопее X.

Бумага лакмусовая — по ТУ 6-09-3404.

Фильтр обеззоленный «белая лента» — по ТУ 6-09-1678.

Никель — по ГОСТ 849.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы никеля:

Раствор А: 0,200 г никеля растворяют в 15 см³ раствора соляной кислоты и 5 см³ раствора азотной кислоты при нагревании, выпаривают досуха, затем добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты и снова выпаривают. Выпаривание повторяют еще раз, затем добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг никеля.

Раствор Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг никеля.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску массой 2,0 г (при массовой доле никеля от 0,0003 % до 0,0010 %) или 1,0 г (при массовой доле никеля свыше 0,001 %) помещают в стакан вместимостью 400 см³, смачивают водой и доливают небольшими порциями раствор соляной кислоты из расчета 20 см³ на 1,0 г магния. После окончания бурной реакции раствор нагревают до полного растворения навески. Затем охлаждают до комнатной температуры, доливают 10 или 20 см³ раствора хлористого аммония (для навесок магния массой 1,0 г и 2,0 г соответственно) и 10 см³ раствора лимоннокислого натрия. Раствор доливают водой до объема 80 см³, нейтрализуют раствором аммиака по лакмусовой бумаге до получения слабощелочной реакции, охлаждают до комнатной температуры, переводят в делительную воронку вместимостью 200—250 см³, добавляют 3 см³ раствора диметилглиоксима, 6 см³ хлороформа и встряхивают в течение 2 мин.

Раствор оставляют для расслаивания на 1—2 мин, затем сливают хлороформный экстракт в сухую пробирку с притертой пробкой. Повторное экстрагирование проводят в течение 1 мин с 5 см³ хлороформа. Экстракт сливают в ту же пробирку. Смесь экстрактов фильтруют через сухой бумажный фильтр и измеряют его оптическую плотность при длине волны 360 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

2.3.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в пять из шести делительных воронок вместимостью 200—250 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 мг никеля. Раствор шестой делительной воронки является раствором контрольного опыта. В каждую воронку добавляют 70 см³ воды, 5 см³ раствора лимоннокислого натрия, 2—3 капли раствора аммиака, 3 см³ раствора диметилглиоксима, 6 см³ хлороформа и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4. Обработка результатов анализа

2.4.1. Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса никеля в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

2.4.2. Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля никеля, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0003 до 0,0005 включ	0,0001	0,00015	0,00012
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,00030	0,00025
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0003	0,00045	0,00035

2.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции никеля при длине волны 232 нм в электротермическом режиме атомизации.

Определение проводят методом стандартных добавок.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, оснащенный графитовым атомизатором, с источником возбуждения спектральной линии никеля.

Микрошприц вместимостью 2 мкм³.

Аргон — по ГОСТ 10157.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Никель — по ГОСТ 849.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

Стандартные растворы никеля:

Раствор А: готовят по п. 2.2.

Раствор Б: 1 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 2 мкг никеля.

Раствор В: 1 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора В содержит 1 мкг никеля.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навески пробы массой по 0,5 г помещают в семь стаканов вместимостью 300 см³. Смачивают водой и добавляют в каждый стакан небольшими порциями по 10 см³ раствора соляной кислоты. Растворение ведут при комнатной температуре. После полного растворения навесок растворы переводят в мерные колбы вместимостью 50 или 100 см³ (таблица 2).

Т а б л и ц а 2

Массовая доля никеля, %	Объем мерной колбы, см ³	Стандартны вор
От 0,0005 до 0,0030	50	В
» 0,0010 » 0,0060	100	Б

В шесть из семи мерных колб с растворами пробы добавляют 2,5, 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см³ стандартного раствора В или Б (см табл. 2), что соответствует массовой концентрации добавленного никеля 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 мкг/см³.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см³ (см. табл. 2) помещают 10 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Микрошприцом вводят в графитовую кювету последовательно раствор контрольного опыта, раствор пробы и в порядке возрастания концентрации никеля растворы, содержащие добавки стандартного раствора никеля.

Измерение атомной абсорбции никеля производят в режиме:

тип атомизации — электротермический;

ток лампы, мА — 10;

длина волны, нм — 232;

ширина щели прибора, нм — 0,2;

температура сушки I стадии, К — 323—373;

II стадии, К — 373—473;

время сушки I стадии, с — 5;

II стадии, с — 5;

температура озоления, К — 873;

время озоления, с — 20;

температура атомизации, К — 2673;

время атомизации, с — 5;

температура очистки, К — 2673;

время очистки, с — 2;

скорость аргона, см³/мин — 200.

На стадии атомизации подачу аргона прекращают.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих добавки стандартного раствора никеля, вычитают значение атомной абсорбции раствора пробы. По полученным значениям разности атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям добавленного никеля в мкг/см³ строят градуировочный график, по которому находят массовую концентрацию никеля в растворах контрольного опыта и пробы.

3.3.2. Когда прибор работает в автоматизированном режиме и производится его градуировка, навески пробы массой по 0,5 г помещают в четыре стакана вместимостью 300 см³ и далее производят растворение, как указано в п. 3.3.1. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 50 или 100 см³ (см. табл. 2).

В три из четырех мерных колб с растворами пробы добавляют 2,5; 8,5; 15,0 см³ стандартного раствора В или Б (см. табл. 2), что соответствует массовой концентрации добавленного никеля 0,05; 0,17; 0,30 мкг/см³.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в п. 3.3.1.

Микрошприцом вводят в графитовую кювету раствор пробы, затем в порядке возрастания концентрации никеля растворы, содержащие добавки стандартного раствора никеля, и производят градуировку прибора.

Измерение атомной абсорбции никеля производят в режиме по п. 3.3.1.

Затем вводят в графитовую кювету растворы контрольного опыта и пробы и производят измерение атомной абсорбции никеля в режиме по п. 3.3.1.

После каждых 4—5 измерений атомной абсорбции никеля графитовую кювету очищают: микрошприцем вводят воду и производят процесс атомизации в режиме по п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация никеля в растворе пробы, мкг/см³;

C_0 — массовая концентрация никеля в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

3.4.2. Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показа-

тель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в таблице 3.

Т а б л и ц а 3

Массовая доля никеля, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0060 »	0,0004	0,0006	0,0005

3.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.2; 3.2
ГОСТ 849—70	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 5828—77	2.2
ГОСТ 6709—72	3.2
ГОСТ 10157—79	3.2
ГОСТ 14261—77	3.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 22280—76	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1; 2.3.3; 2.4.3; 3.4.3
ТУ 6-09-1678—87	2.2
ТУ 6-09-3404—73	2.2
Государственная фармакопея X	2.2