УДК 622.341.1:546.74-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения закиси никеля

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Methods for the determination of nickel protoxide

ГОСТ 23581.22—81 (СТ СЭВ 1201—78)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1194 срок действия установлен

с 01.01.1982 г.
до 01.07.1988 г. 97г

Несоблюдение стандарта преследуется по закону ЦУС 2-87г

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения закиси никеля при массовой доле от 0,01 до 0,1%, фотометрический — от 0,05 до 1%, гравиметрический — от 0,25 до 1% и атомно-абсорбционный — от 0,01 до 1%.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1201—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23581.0—80.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на реакции взаимодействия ионов никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде (pH 10—11) в присутствии окислителя с образованием комплексного соединения, окрашенного в коричнево-красный цвет, и фотометрировании окрашенного раствора.

Никель отделяют от мешающих компонентов (железо, марганец и др.) экстракцией хлороформом в виде глиоксимата никеля, затем реэкстрагируют соляной кислотой.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Железо перед экстракцией связывают в тартратный комплекс, марганец восстанавливают до двухвалентного состояния солянокислым гидроксиламином.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 700°С;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74;

калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74;

железо (III) сернокислое по ГОСТ 9485—74;

никель по ГОСТ 849—70;

аммоний-никель (II) сернокислый 6-водный по ГОСТ 4464—75;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 10, и раствор с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 и разбавленную 1 : 1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую) по ГОСТ 10484—78;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см³, разбавленный 1 : 1, 1 : 50;

гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм³;

аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—79, раствор 200 г/дм³;

бромид-броматный раствор: 39 г бромистого калия и 10 г бромноватокислого калия растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают;

аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 30 г/дм³;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 50 г/дм³;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, спиртовый раствор с массовой долей 1% или щелочной раствор 10 г/дм³ (1 г диметилглиоксима растворяют в 100 см³ раствора гидроокиси натрия 50 г/дм³);

хлороформ медицинский;

стандартные растворы никеля; готовят из никеля (99,99%) или двойной сернокислой соли аммония-никеля:

раствор А: 0,7858 г никеля растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 20 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1. Раствор кипятят до прекращения выделения окислов азота, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают или 5,2884 г двойной сернокислой соли аммония и никеля растворяют в воде с добавлением 2 см³ серной

кислоты в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора никеля, приготовленного из двойной сернокислой соли аммония-никеля, устанавливают гравиметрическим методом. 1 см³ раствора А соответствует 1 мг закиси никеля;

раствор Б: 100 см³ раствора А переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,1 мг закиси никеля.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,5 г при массовой доле закиси никеля до 0,05% и 0,25 г при массовой доле закиси никеля свыше 0,05% помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 15 см³ соляной кислоты и 5 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты, приливают 50 см³ горячей воды и отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, уплотненный фильтробумажной массой. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 250 см³ (основной раствор).

Осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, затем горячей водой до исчезновения желтой окраски фильтра. Если в испытуемом материале отсутствуют нерастворимые соединения никеля, последующую обработку нерастворимого остатка (см. п. 2.2.2) опускают, а определение проводят по п. 2.2.3.

2.2.2. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 500—600°С. Охладив тигель, остаток смачивают 2—3 каплями воды, прибавляют 5 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1,5 — 8 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают при 400—500°С, затем сплавляют с 0,5—1 г пиросернокислого калия при 600—650°С. Плав выщелачивают в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 10, при нагревании. Полученный раствор охлаждают и присоединяют к основному раствору.

2.2.3. Раствор, полученный по пп. 2.2.1 или 2.2.2, доливают водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвоту 50 см³, переносят в стакан вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ раствора виннокислого аммония, 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и раствор аммиака, разбавленного 1 : 1, до получения щелочной реакции по лакмусовой бумаге (pH 9—10).

Содержимое стакана переливают в делительную воронку вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора диметилглиоксима (спиртовый раствор), 10 см³ хлороформа и экстрагируют в течение 2 мин.

После разделения фаз органический слой переливают в делительную воронку вместимостью 50 см³, а к водному раствору добавляют 10 см³ хлороформа и снова экстрагируют раствор в течение 1 мин. Органический слой присоединяют к первому экстракту.

Объединенный органический экстракт промывают 10 см³ раствора аммиака, разбавленного 1 : 50.

После разделения фаз органический слой переливают в другую делительную воронку вместимостью 50 см³, приливают 10 см³ раствора с молярной концентрацией соляной кислоты 0,5 моль/дм³ и встряхивают раствор в течение 1 мин. Никель в этих условиях переходит из хлороформного слоя в водный. Водный раствор солянокислого никеля переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

В делительную воронку добавляют 5 см³ раствора с молярной концентрацией соляной кислоты 0,5 моль/дм³ и повторяют реэкстракцию никеля из органического слоя.

Водный слой присоединяют к раствору в мерной колбе, где проводят окрашивание раствора никеля по одному из указанных ниже вариантов.

2.2.4. К раствору в мерной колбе вместимостью 100 см³ приливают 10 см³ спиртового раствора диметилглиоксима, 5 см³ бромидбромата раствора и через 1 мин — 20 см³ раствора аммиака, разбавленного 1 : 1. Раствор доливают водой до метки и перемешивают (вариант 1).

К раствору в мерной колбе вместимостью 100 см³ приливают 40 см³ раствора гидроокиси натрия, 10 см³ надсернокислого аммония и 10 см³ щелочного раствора диметилглиоксима (вариант 2).

После добавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают, доводят водой до метки и снова перемешивают.

Через 40—50 мин после окрашивания раствора (по первому или второму способу) измеряют оптическую плотность его на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при максимуме светопропускания 460—470 нм, применяя соответствующую кювету. Раствором сравнения служит вода.

2.2.5. Для внесения поправки на массу закиси никеля в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По величине оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят массу закиси никеля по градуировочному графику.

2.2.6. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью по 250 см³ приливают из бюретки 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 и 3 см³ стандартного раствора никеля (раствор Б), что соответствует 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25 и 0,3 мг закиси никеля. Добавляют по 1 г сернокислого железа, по 15 см³ соляной кислоты, по 5 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты, приливают 50 см³ горячей воды, кипятят, охлаждают и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Отбирают аликвоту 50 см³ в стаканы вместимостью 250 см³, приливают по 10 см³ раствора виннокислого аммония, по 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и раствор аммиака, разбавленного 1 : 1, до получения щелочной реакции по лакмусовой бумаге. Содержимое стаканов переливают в делительные воронки вместимостью 100 см³, приливают по 10 см³ раствора диметилглиоксима (спиртовый раствор), по 10 см³ хлороформа, экстрагируют в течение 2 мин. После разделения фаз органический слой переливают в делительную воронку вместимостью 50 см³, а к водному раствору приливают 10 см³ хлороформа и снова экстрагируют в течение 1 мин.

Объединенный органический экстракт промывают 10 см³ раствора аммиака, разбавленного 1 : 50.

Далее проводят реэкстракцию никеля из органического слоя раствором с молярной концентрацией соляной кислоты 0,5 моль/дм³ в соответствии с п. 2.2.3.

Окрашивание солянокислого раствора никеля проводят по одному из способов, приведенных в п. 2.2.4.

2.2.7. Контрольный опыт для градуировочного графика проводят, как указано в п. 2.2.6, без добавления стандартного раствора никеля.

По полученным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им массам закиси никеля строят градуировочный график.

При использовании для расчетов массовой доли закиси никеля метода сравнения одновременно с анализируемой пробой в три стакана вместимостью 250 см³ помещают аликвоты стандартного раствора никеля (раствор Б) в соответствии с предполагаемой массовой долей закиси никеля, прибавляют 15 см³ соляной кислоты и 5 см³ азотной кислоты и проводят через все стадии анализа в соответствии с пп. 2.2.1—2.2.4.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса закиси никеля, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли закиси никеля на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе; определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

2.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля закиси никеля,%	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,025	0,003
Св. 0,025 „ 0,05	0,004
„ 0,05 „ 0,1	0,006
„ 0,1 „ 0,2	0,02
„ 0,2 „ 0,5	0,03
„ 0,5 „ 1	0,04

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на реакции взаимодействия ионов никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде (pH 10—11) в присутствии окислителя с образованием комплексного соединения, окрашенного в коричнево-красный цвет и фотометрировании окрашенного раствора.

Влияние железа и марганца устраняют связыванием их в комплексы лимонной или винной кислотой.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют аппаратуру, реактивы и растворы те же, что в п. 2.1, и дополнительно:

кислоту винную по ГОСТ 5817—77, раствор 200 г/дм³;

кислоту лимонную безводную по ГОСТ 3652—69, раствор 200 г/дм³.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,5 г при массовой доле закиси никеля до 0,1% и 0,25 г при массовой доле закиси никеля свыше 0,1% помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 15 см³ соляной кислоты и 5 см³ азотной кислоты. Далее анализ проводят в соответствии с пп. 2.2.1 и 2.2.2.

3.2.2. Из каждого полученного в соответствии с п. 3.2.1 раствора в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают по две

аликвоты 25 см³ при массовой доле закиси никеля от 0,1 до 0,5% и по 10 см³ — при массовой доле закиси никеля от 0,5 до 1% и окрашивают раствор по одному из ниже указанных способов.

Способ первый: к одной аликвоте приливают 20 см³ раствора лимонной кислоты, 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 4, 5 см³ раствора бромид-бромата калия, 25 см³ раствора аммиака, разбавленного 1 : 1, и 10 см³ спиртового раствора диметилглиоксима. Ко второй аликвоте добавляют те же реактивы, кроме раствора диметилглиоксима (фоновый раствор).

Способ второй: к одной аликвоте приливают 10 см³ раствора винной кислоты; 40 см³ раствора гидроокиси натрия, 10 см³ раствора надсернокислого аммония и 10 см³ щелочного раствора диметилглиоксима. Ко второй аликвоте вместо раствора диметилглиоксима приливают 10 см³ раствора гидроокиси натрия (фоновый раствор).

После добавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают. Через 10—15 мин доливают водой до метки, снова перемешивают. Измеряют оптическую плотность на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при максимуме светопропускания 460—470 нм в соответствующей кювете. В качестве раствора сравнения используют фоновый раствор.

3.2.3. Для внесения поправки на массу закиси никеля в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По величине оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят массу закиси никеля по градуировочному графику.

3.2.4. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью по 250 см³ приливают из бюретки 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5; 15 см³ стандартного раствора никеля (раствор Б), что соответствует 0,25; 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,5 мг закиси никеля: добавляют по 0,5 г сернокислого железа, по 15 см³ соляной кислоты, по 5 см³ азотной кислоты, выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты, приливают 50 см³ горячей воды, кипятят, охлаждают и переливают раствор в мерные колбы вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Из каждой колбы отбирают две аликвоты по 25 см³ в мерные колбы вместимостью 100 см³, приливают по 20 см³ раствора лимонной кислоты (первый способ окрашивания) или по 10 см³ раствора винной кислоты (второй способ окрашивания) и далее анализ проводят, как указано в п. 3.2.2.

3.2.5. Контрольный опыт для градуировочного графика проводят, как указано в п. 3.2.4, без добавления стандартного раствора никеля.

По полученным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом оптической плотности раст-

вора контрольного опыта и соответствующим им массам закиси никеля строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю закиси никеля (X_1) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 2.3.1.

3.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

4. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на осаждении никеля из аммиачного раствора диметилглиоксимом и гравиметрическом определении его в виде диметилглиоксимата никеля. Влияние железа, марганца, хрома устраняют связыванием их в тартратные комплексы.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

4.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 700°С;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором;

термометр ртутный технический стеклянный с ценой деления не более 2°С по ГОСТ 2823—73;

фильтры стеклянные (№ 3) по ГОСТ 9775—69;

эксикатор по ГОСТ 6371—73;

кальций хлористый плавленый по ГОСТ 4460—77, прокаленный при температуре 700—800°С, для заполнения эксикатора;

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;

кислоту винную по ГОСТ 5817—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 1, 1 : 10;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 для заполнения эксикатора и разбавленную 1 : 1;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см³;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72;

диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1%-ный спиртовый раствор.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1—2 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют в 30 см³ соляной кислоты и 10 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 10 см³ соляной кислоты, приливают 50 см³ горячей воды и отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы.

Фильтрат собирают в стакан вместимостью 600 см³. Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, затем 5—6 раз горячей водой (основной раствор).

4.2.2. Фильтр с осадком переносят в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 500—600°С. Остаток смачивают несколькими каплями воды, приливают 5 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты, выпаривают досуха и прокаливают при 400—500°С. Остаток сплавляют с 1—2 г пиросернокислого калия при 600—650°С. Плав выщелачивают в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 10.

4.2.3. Полученный раствор присоединяют к основному раствору, разбавляют водой до объема приблизительно 300 см³, добавляют 5 г винной кислоты на каждый 1 г навески и аммиак до получения слабощелочной реакции.

Раствор подкисляют несколькими каплями соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до 70°С, затем добавляют 25 см³ раствора диметилглиоксима и подщелачивают аммиаком до появления слабого запаха.

Раствор оставляют на 1 ч при 50—60°С, после чего отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности и промывают теплой водой. Осадок растворяют в 30—50 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, собирая фильтрат в тот же стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают несколько раз горячей водой. Добавляют 1 г винной кислоты и аммиак до слабо-щелочной реакции. Раствор подкисляют несколькими каплями соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до 70°С, добавляют 15 см³ раствора диметилглиоксима и подщелачивают аммиаком до появления слабого запаха.

Дают осадку постоять 20—30 мин при 50—60°С, затем отфильтровывают на предварительно взвешенный стеклянный фильтр № 3, промывают теплой водой, высушивают до постоянной массы при 105°С и после охлаждения в эксикаторе взвешивают.

4.2.4. Для внесения поправки на массу закиси никеля в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю закиси никеля (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 0{,}2586 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка диметилглиоксимата никеля, г;

m — масса навески, г;

0,2586 — коэффициент пересчета диметилглиоксимата никеля на закись никеля;

K — коэффициент пересчета массовой доли закиси никеля на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по формуле п. 2.3.1.

4.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении поглощения излучения лампы с полым катодом атомами никеля при длине волны 232,0 или 341,5 нм. Для атомизации растворов используют пламя ацетилен—воздух.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

5.1.1. Для проведения анализа применяют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для никеля;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 700°С;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75;

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;

железо карбонильное (99,99%);

никель по ГОСТ 849—70;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 400 г/дм³ (хранят в полиэтиленовом сосуде);

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

аммоний-никель (II) сернокислый 6-водный по ГОСТ 4464—75;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 10;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77 и разбавленную 1 : 1;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

стандартные растворы никеля: готовят из никеля (99,99%) или двойной сернокислой соли аммония-никеля;

раствор А: 0,7858 г никеля растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 20 см³ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1. Раствор кипятят до прекращения выделения окислов азота, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают или 5,2884 г двойной сернокислой соли аммония и никеля растворяют в воде с добавлением 2 см³ серной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 1 мг закиси никеля;

раствор Б: 100 см³ раствора А переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,1 мг закиси никеля.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 15 см³ соляной кислоты и 5 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты, приливают 50 см³ горячей воды и отфильтровывают нерастворимый остаток на бумажный фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см³ (основной раствор). Фильтр с осадком промывают 2—3 раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, затем 3—4 раза горячей водой, помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 500—600°С. Остаток в тигле смачивают водой, добавляют 2—3 капли серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают при 400—500°С, затем сплавляют с 1—2 г пиросернокислого калия при 600—650°С. Плав выщелачивают в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 10. Полученный раствор присоединяют к основному раствору, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Допускается разложение навески проводить следующим образом: навеску массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты, прибавляют 0,5 г фтористого натрия или 1 см³ раствора фтористого аммония и нагревают до растворения. К раствору приливают 5 см³ азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают досуха. Выпаривание досуха с 5 см³ соляной кислоты повторяют дважды. Остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты, приливают 50 см³ горячей воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

5.2.2. При массовой доле закиси никеля до 0,1% фотометрируют раствор, полученный по п. 5.2.1. При массовой доле закиси никеля более 0,1% отбирают аликвоту раствора 25 см³ в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Растворы вводят в пламя воздух—ацетилен атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию никеля при длине волны 232 нм.

При массовой доле закиси никеля в пробе более 0,1% можно фотометрировать раствор, полученный по п. 5.2.1, без аликвотирования, используя менее чувствительную линию 341,5 нм.

Каждый раствор фотометрируют дважды и для расчета берут среднее из двух значений абсорбции.

При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания шкалы прибора.

5.2.3. Для внесения поправки на массу закиси никеля в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям абсорбции исследуемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта, полученного параллельно с пробами, находят массу закиси никеля по градуировочному графику.

5.2.4. Измерение абсорбции никеля

5.2.4.1. При измерении абсорбции растворов на линии 232,0 нм для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью по 250 см³ помещают по 1 г железа, приливают из бюретки 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора никеля (раствор Б), что соответствует 0,10; 0,25; 0,50; 1,00 и 1,20 мг закиси никеля, во все стаканы приливают по 15 см³ соляной кислоты, по 5 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты при нагревании, охлаждают, приливают 20 см³ воды и переливают растворы в мерные колбы вместимостью 250 см³, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 5.2.2.

5.2.4.2. При измерении абсорбции растворов на линии 341,5 нм для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью по 250 см³ помещают по 1 г железа и 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 см³ стандартного раствора никеля (раствор А), что соответствует 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 мг закиси никеля, во все стаканы приливают по 15 см³ соляной кислоты, по 5 см³ азотной кислоты и продолжают анализ, как указано в п. 5.2.2.

5.2.5. Контрольный опыт для градуировочного графика проводят, как указано в пп. 5.2.4.1 или 5.2.4.2, без добавления стандартного раствора никеля.

По найденным значениям абсорбции растворов для градуировочного графика за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта и соответствующим им массам закиси никеля строят градуировочный график.

Примечание. Поскольку диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, то предлагаемые содержания элементов для построения градуировочных графиков (см. п. 5.2.4) необходимо считать рекомендуемыми.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю закиси никеля (X_3) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 2.3.1.

5.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 1.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 23581.15—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения двуокиси кремния . . . 1

ГОСТ 23581.16—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения окиси кальция и окиси магния 13

ГОСТ 23581.17—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения окиси алюминия . . . 34

ГОСТ 23581.18—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения железа (общего) 48

ГОСТ 23581.19—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения фосфора 55

ГОСТ 23581.20—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения серы 72

ГОСТ 23581.21—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения пятиокиси ванадия . . . 83

ГОСТ 23581.22—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения закиси никеля 95

Изменение № 1 ГОСТ 23581.22—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения закиси никеля

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3721 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Раздел 2. Вводная часть. Первый абзац. Исключить значение: (pH 10—11).

Пункт 2.1.1. Восьмой абзац после слов: «железо (III) сернокислое» дополнить словами: «9-водное»;

четырнадцатый абзац. Исключить слово: «(плавиковую)»;

двадцать четвертый абзац. Заменить значение: (99,99 %) на (99,9 %).

Пункт 2.2.2. Заменить значение: 0,5—1 г на 1—2 г.

Пункт 2.2.3. Первый абзац. Заменить слова: «по лакмусовой бумаге (pH 9—10)» на «по лакмусовой или универсальной бумаге (pH 8—9)».

Пункт 2.2.4. Четвертый абзац. Заменить слова: «через 40—50 мин после окрашивания раствора (по первому или второму способу)» на «через 15 мин после окрашивания раствора по первому варианту и через 40—50 мин — по второму варианту».

Пункт 2.2.7. Третий абзац исключить.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2.8: «2.2.8. При использовании для расчетов массовой доли закиси никеля метода сравнения одновременно с анализируемой пробой в три стакана вместимостью 250 $см^3$ помещают аликвоты стандартного раствора никеля (раствор Б) в соответствии с предполагаемым содержанием закиси никеля, по 1 г сернокислого железа, прибавляют 15 $см^3$ соляной кислоты и 5 $см^3$ азотной кислоты и проводят через все стадии анализа в соответствии с пп. 2.2.1—2.2.4».

Пункт 2.3.1 после слов «закиси никеля (X) в процентах» дополнить словами: «при использовании градуировочного графика».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.3.1а (после п. 2.3.1): «2.3.1а. Массовую долю закиси никеля (X) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 60)

$$X = \frac{m_1 \cdot D \cdot 100}{m \cdot D_1 \cdot 1000} \cdot K,$$

где m_1 — масса никеля в стандартном растворе сравнения, мг;

D — оптическая плотность анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

D_1 — оптическая плотность стандартного раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта;

K — коэффициент пересчета массовой доли закиси никеля на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.3.1».

Раздел 3. Вводная часть. Первый абзац. Исключить значение: (pH 10—11).

Пункт 3.2.2. Первый абзац. Заменить значение: «от 0,1 до 0,5 %» на «от 0,05 до 0,5 %».

Пункт 4.1.1. Пятый абзац исключить;

седьмой абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 6371—73».

Раздел 5. Вводную часть изложить в новой редакции: «Метод основан на измерении атомного поглощения никеля при длине волны 232,0 или 341,5 нм. Для атомизации растворов используют пламя ацетилен-воздух».

Пункт 5.1.1. Шестнадцатый абзац. Заменить значение: (99,99 %) на (99,9 %).

Пункт 5.2.1. Первый, второй абзацы. Заменить слова: «в мерную колбу вместимостью 250 см³» на «в мерную колбу вместимостью 100 см³».

Пункт 5.2.2. Первый абзац. Заменить значения: 25 см³ на 10 см³, 250 см³ на 100 см³.

Пункт 5.2.4. Наименование изложить в новой редакции: «5.2.4. *Построение градуировочных графиков*».

Пункты 5.2.4.1, 5.2.4.2. Заменить слова: «по 1 г железа» на «по 0,5 г железа».

Пункт 5.2.4.1. Заменить слова: «в мерные колбы вместимостью 250 см³» на «в мерные колбы вместимостью 100 см³».

(Продолжение см. с. 61)

Пункт 5.2.4.2. Заменить ссылку: «п. 5.2.2» на «пп. 5.2.1, 5.2.2».

Пункт 5.2.5. Примечание после слов «предполагаемые содержания элементов» дополнить словами: «в испытуемых растворах (см. п. 5.2.2) и в растворах».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.2.6:

«5.2.6. Допускается проведение определения по методу сравнения.

Для приготовления раствора сравнения в три стакана вместимостью 250 см³ помещают по 0,5 г железа, приливают стандартный раствор никеля А или Б в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию закиси никеля, приливают по 15 см³ соляной кислоты, по 5 см³ азотной кислоты и продолжают, как указано в п. 5.2.4».

Пункт 5.3.1 после слов «в процентах» дополнить словами: «при использовании градуировочного графика».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3.1*а*: «5.3.1а. Массовую долю закиси никеля (X_3) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 62)

$$X_{з} = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_1 \cdot 1000} \cdot K,$$

где m_1 — масса закиси никеля в растворе сравнения, мг;

A — значение абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

m — масса навески, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

A_1 — значение абсорбции раствора сравнения за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

K — коэффициент пересчета массовой доли закиси никеля на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.3.1».

(ИУС № 2 1987 г.)

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *В Н. Прусакова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

gost.e-ecolog.ru

...(п. к печ. 20.07.81 6,75 п. л. 7,27 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 35 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 933