МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения селена в никеле

Издание официальное

БЗ 3—99/43

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт», АО «Институт Гипроникель»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 17 сентября 2002 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.25—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования и требования безопасности 1
4 Спектрофотометрический метод 1
4.1 Метод анализа 1
4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 2
4.3 Подготовка к анализу 2
4.4 Проведение анализа 2
4.5 Обработка результатов анализа 3
4.6 Контроль точности анализа 3
5 Атомно-абсорбционный метод 3
5.1 Метод анализа 3
5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 3
5.3 Подготовка к анализу 4
5.4 Проведение анализа 5
5.5 Обработка результатов анализа 5
5.6 Контроль точности анализа 5
Приложение А Библиография 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения селена в никеле

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of selenium in nickel

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения селена при массовой доле от 0,0001 % до 0,0050 % в первичном никеле по ГОСТ 849.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5789—78 Толуол. Технические условия
ГОСТ 5848—73 Кислота муравьиная. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 330 нм раствора комплексного соединения селена с *о*-фенилендиамином после предварительного экстракционного извлечения толуолом.

Издание официальное

4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 320—340 нм.

pH-метр (иономер), обеспечивающий проведение измерений в диапазоне pH 0,9—1,1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, при необходимости очищенная, или по ГОСТ 14261, разбавленная 1:2 и 1:4.

Кислота хлорная по [1], разбавленная 1:99.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, при необходимости по ГОСТ 24147, разбавленный 1:1.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор массовой концентрации 0,04 г/см^3.

о-Фенилендиамин по [2], раствор массовой концентрации 0,01 г/см^3.

Толуол по ГОСТ 5789, при необходимости очищенный перегонкой.

Селен по ГОСТ 10298.

Растворы селена известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации селена 0,001 г/см^3: в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску селена массой 0,1000 г, приливают 10—15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют на водяной бане при температуре 60—70 °С, выпаривают до объема 1—2 см^3, приливают 20 см^3 соляной кислоты, нагревают до растворения солей, охлаждают, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации селена 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 500 см^3 отбирают 5 см^3 раствора А и доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной 1:4.

Раствор В массовой концентрации селена 0,000001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б и доливают до метки водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 250 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора В, разбавляют водой до 50 см^3, приливают 1,0 см^3 муравьиной кислоты, 0,5 см^3 раствора трилона Б и далее поступают, как указано в 4.4.

Масса селена в растворах для градуировочного графика составляет 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,000010 г.

По значениям светопоглощения растворов и соответствующим им массам селена строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения раствора, подготовленного без введения раствора селена.

4.4 Проведение анализа

В стакан или коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Массовая доля селена, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,0001 до 0,0005 включ.	2,000	50
Св. 0,0005 » 0,0010 »	2,000	25
» 0,0010 » 0,0020 »	1,000	25
» 0,0020 » 0,0050 »	1,000	10

Пробу растворяют при нагревании в 30—40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор до объема 7—10 см^3. После охлаждения приливают 10 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до выделения паров хлорной кислоты. Остаток охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до выделения паров хлорной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:2, нагревают на водяной бане в течение 10 мин, приливают 15—20 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки водой.

В стакан вместимостью 250 см^3 отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1, разбавляют водой до 50 см^3, приливают 1,0 см^3 муравьиной кислоты, 0,5 см^3 раствора трило-

на Б и добавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1, до получения pH раствора в пределах 0,9—1,1 по pH-метру.

Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 3 см^3 раствора *о*-фенилендиамина, выдерживают 20 мин, вводят 6,0 см^3 толуола и встряхивают воронку с растворами 2 мин. После разделения фаз органический слой сливают в пробирку и закрывают притертой пробкой.

Через 2 ч измеряют светопоглощение раствора на спектрофотометре при длине волны 330 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 320—340 нм, используя в качестве раствора сравнения толуол и кюветы толщиной поглощающего слоя 1 см.

Массу селена в растворе пробы находят по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю селена в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(M_x - M_к)}{M} K\,100, \qquad (1)$$

где M_x — масса селена в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса селена в растворе контрольного опыта, г;

M — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа указаны в таблице 2.

Таблица 2 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля селена	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,00010	0,00004	0,00005	0,00007	0,00005
0,00030	0,00008	0,00010	0,00015	0,00010
0,00050	0,00012	0,00015	0,00020	0,00015
0,00100	0,00015	0,00020	0,00030	0,00020
0,0030	0,0004	0,0005	0,0008	0,0006
0,0050	0,0007	0,0008	0,0014	0,0010

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 196,0 нм резонансного излучения атомами селена, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом или безэлектродная газоразрядная лампа для возбуждения спектральной линии селена.

Графитовая кювета с пиролитическим покрытием, подготовленная по 5.3.1.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [3] или другие средней плотности.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9, 1:19.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей селена не более 0,0001 %.

Тантал по [4].

Раствор тантала массовой концентрации 0,001 г/см^3: в чашку из фторопласта или стеклоуглерода помещают навеску тантала массой 0,100 г, приливают 10 см^3 фтористоводородной кислоты, 0,5—1,0 см^3 азотной кислоты, растворяют при нагревании, раствор охлаждают, разбавляют водой до 100 см^3 и хранят в полиэтиленовой посуде.

Селен по ГОСТ 10298.

Растворы селена известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации селена 0,0001 г/см^3: в стакан или колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску селена массой 0,1000 г, приливают 10—15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют на водяной бане при температуре 60—70 °С, охлаждают, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации селена 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

Раствор В массовой концентрации селена 0,000001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Подготовка графитовой кюветы

Графитовую кювету с пиролитическим покрытием помещают в электротермический атомизатор атомно-абсорбционного спектрофотометра и вводят в нее раствор тантала дозатором объемом 0,05 см^3, а при использовании аэрозольного распылителя — при времени распыления не менее 50 с. Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 3.

Таблица 3 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	150—160	2—20
Озоление	1000—1600	15—20
Атомизация	2400—2600	4—5

Введение раствора тантала и атомизацию проводят не менее десяти раз.

Подготовленная графитовая кювета используется многократно для проведения измерений в соответствии с 5.4.

5.3.2 Подготовка растворов для градуировки

5.3.2.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей селена не более 0,0010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 1,000 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей селена. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 5—7 см^3, приливают 40—50 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают и переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

В колбы отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор селена не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса селена в растворах для градуировки составляет 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,000010 г.

5.3.2.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей селена свыше 0,0010 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 20 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного, как указано в 5.3.2.1, вводят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора В, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор селена не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса селена в растворах для градуировки указана в 5.3.2.1.

5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 1,000 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 5—7 см^3, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доливают до метки водой.

При массовой доле селена свыше 0,0010 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора объемом 20 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 196,0 нм, ширине щели не более 2,0 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона не менее двух раз, последовательно вводя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрофотометра подбирают оптимальный объем раствора, вводимый в атомизатор, от 0,010 до 0,050 см^3 или оптимальное время распыления от 5 до 50 с. Промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный, как указано в 5.3.2.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки. Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 4.

Таблица 4 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	150—160	2—20
Озоление	600—900	10—20
Атомизация	2200—2300	4—5

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам селена строят градуировочные графики.

По значению абсорбции раствора пробы находят массу селена по соответствующему градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю селена в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_x K}{M} 100, \qquad (2)$$

где M_x — масса селена в растворе пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

5.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа указаны в таблице 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-2878—84 Реактивы. Кислота хлорная химически чистая для анализа
[2] ТУ 6-09-05-1291—84 *о*-Фенилендиамин (*о*-диаминбензол)
[3] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)
[4] ТУ 48-19-258—77 Фольга танталовая и ниобиевая

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:546.06:006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, селен, химический анализ, средства измерений, раствор, реактив, проба, массовая доля, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 01.11.2002. Подписано в печать 26.11.2002. Усл. печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,75.
Тираж 247 экз. С 8630. Зак. 1058.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru