МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения таллия в никеле

Издание официальное

БЗ 3—99/40

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 13047.22—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 3
5.4 Проведение анализа 4
5.5 Обработка результатов анализа 4
5.6 Контроль точности анализа 4
Приложение А Библиография 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения таллия в никеле

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of thallium in nickel

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения таллия при массовой доле от 0,00005 % до 0,0010 % 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 2603—79 Ацетон. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 5955—75 Бензол. Технические условия
ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
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 18337—95 Таллий. 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 600 нм раствора комплексного соединения таллия с кристаллическим фиолетовым, экстрагируемого бензолом из среды фосфорной кислоты.

Издание официальное

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 580—610 нм.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или при необходимости по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:4.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 0,25 г/см^3.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Бензол по ГОСТ 5955.

Кристаллический фиолетовый по [1], раствор массовой концентрации 0,002 г/см^3.

Таллий по ГОСТ 18337.

Растворы таллия известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации таллия 0,0001 г/см^3: в стакан вместимостью 100 см^3 помещают навеску таллия массой 0,1000 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют на кипящей водяной бане, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 100 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации таллия 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, доливают до метки водой.

Раствор В массовой концентрации таллия 0,000002 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 20 см^3 раствора Б, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 100 или 150 см^3 отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора В, помещают их на кипящую водяную баню и выпаривают растворы досуха. К сухому остатку приливают 2—3 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают на кипящей водяной бане досуха. К сухому остатку приливают 25 см^3 ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:4, 5 см^3 воды, растворяют осадок и далее поступают, как указано в 4.4.

Масса таллия 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 таллия строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора таллия.

4.4 Проведение анализа

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 3,000 г при определении массовых долей таллия не более 0,0003 % и массой 1,000 г при определении массовых долей таллия свыше 0,0003 %, приливают 30—40 или 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до объема 7—10 см^3, приливают 5—10 см^3 соляной кислоты, не допуская кипения, переносят стакан на кипящую водяную баню и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку приливают 5—10 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают на водяной бане досуха. Обработку соляной кислотой повторяют.

К сухому остатку приливают 25 см^3 ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:4, 5 см^3 воды и растворяют соли. К раствору приливают 1 см^3 раствора хлорида железа (III), 0,5 см^3 пероксида водорода и выдерживают 40 мин.

Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, обмывают стакан 10 см^3 воды, приливают 0,5 см^3 раствора кристаллического фиолетового, 20 см^3 бензола и встряхивают воронку 1 мин. Через 10—15 мин водную нижнюю фазу сливают и отбрасывают, а из органической фазы сухой пипеткой отбирают аликвотную часть раствора объемом 15 см^3 в сухую мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки ацетоном.

Измеряют светопоглощение раствора пробы и контрольного опыта на спектрофотометре при длине волны 600 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 580—610 нм, используя в качестве раствора сравнения смесь 15 см^3 бензола и 10 см^3 ацетона.

Массу таллия в растворе пробы находят по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса таллия в растворе пробы, г;

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

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля таллия	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
0,00005	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00010	0,00006	0,00007	0,00012	0,00008
0,00030	0,00010	0,00012	0,00020	0,00015
0,00050	0,00015	0,00018	0,00030	0,00020
0,0010	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 276,8 нм резонансного излучения атомами таллия, 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 для возбуждения спектральной линии таллия.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [2] или другие средней плотности.

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

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей таллия не более 0,00005 %.

Таллий по ГОСТ 18337.

Растворы таллия известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации таллия 0,0001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

Раствор Б массовой концентрации таллия 0,00001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

Раствор В массовой концентрации таллия 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 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей таллия не более 0,0003 % 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 таллия. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. 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, переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$.

В колбы отбирают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 $см^3$ раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор таллия не вводят, доливают до метки водой и далее измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса таллия в растворах для градуировки составляет 0,0000005; 0,0000010; 0,0000015; 0,0000020; 0,0000030 г.

5.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей таллия свыше 0,0003 % в стаканы или колбы вместимостью 250 $см^3$ помещают навески массой 0,500 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей таллия. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт. Навески растворяют, как указано в 5.3.1, растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, вводят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ раствора В, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор таллия не вводят, доливают до метки водой и далее измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса таллия в растворах для градуировки составляет 0,000001; 0,000002; 0,000003; 0,000004; 0,000005 г.

5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают навеску пробы массой 1,000 г при определении массовых долей таллия не более 0,0003 % и массой 0,500 г при определении массовых долей таллия свыше 0,0003 %, приливают 15—20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 7—10 $см^3$, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, охлаждают и доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 276,8 нм, ширине щели не более 1,0 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 от 0,005 до 0,050 $см^3$ или оптимальное время аэрозольного 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 4.3.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки.

Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 2.

Таблица 2 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	100—150	2—45
Озоление	400—600	10—20
Атомизация	1800—2200	4—5

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

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса таллия в растворе пробы, г;

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 приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля таллия	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
0,00005	0,00002	0,00003	0,00004	0,00003
0,00010	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00012	0,00014	0,00020	0,00015

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-5924—89 Кристаллический фиолетовый
[2] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, таллий, 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 *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 01.11.2002. Подписано в печать 22.11.2002. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 247 экз. С 8627. Зак. 1046.

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