МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Методы определения никеля

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.22—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Методы определения никеля

Sponge titanium. Methods for determination of nickel

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический (при массовой доле никеля от 0,005 % до 0,15 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле никеля от 0,001 % до 0,01 %) методы определения никеля в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Экстракционно-фотометрический метод основан на образовании комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в аммиачной среде, экстракции его хлороформом и последующем измерении оптической плотности экстракта при длине волны 360 нм.

Атомно-абсорбционный метод основан на измерении атомной абсорбции никеля при длине волны 232,0 нм в электротермическом режиме атомизации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5828—77 Диметилглиоксим. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю никеля определяют по двум навескам.

Издание официальное

3.4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов двух измерений.

4 Экстракционно-фотометрический метод

4.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2, или аналогичный прибор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ρ = 1,40 г/см^3, разбавленная 1:1.

Аммония тартрат (аммоний виннокислый) по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой концентрации 250 г/дм^3.

Этанол (спирт этиловый) ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовый раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Индикаторная бумага лакмусовая по действующему нормативному документу.

Никель марки Н22 по ГОСТ 849.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 0,2 г никеля растворяют в 15 см^3 раствора соляной кислоты и 5 см^3 раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании, выпаривают досуха, затем прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Выпаривание повторяют еще раз при добавлении раствора соляной кислоты. Затем прибавляют 100 см^3 раствора соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор годен к применению в течение 3 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,0002 г никеля.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г никеля.

4.2 Порядок проведения измерений

4.2.1 Навеску пробы массой 1,0 г (при массовой доле никеля от 0,005 % до 0,05 %) и массой 0,5 г (при массовой доле никеля свыше 0,05 % до 0,15 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 40 см^3 раствора серной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения добавляют по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора и упаривают до появления паров серного ангидрида. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5—10 см^3 помещают в стакан вместимостью 300 см^3, добавляют 10 см^3 раствора тартрата аммония, разбавляют водой до 80 см^3, нейтрализуют раствором аммиака по лакмусовой бумаге до получения слабощелочной реакции. Раствор охлаждают, переносят в делительную воронку, прибавляют 3 см^3 раствора диметилглиоксима, вводят 6 см^3 хлороформа (приливают из бюретки) и встряхивают в течение 2 мин.

Раствор оставляют для расслаивания на 1—2 мин, затем хлороформный экстракт отделяют в сухую пробирку с притертой пробкой. Повторную экстракцию проводят в течение 1 мин, добавляя 5 см^3 хлороформа. Экстракты объединяют, фильтруют через сухой бумажный фильтр и измеряют оптическую плотность при длине волны 360 нм толщиной поглощающего слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит хлороформный экстракт контрольного опыта.

Массу никеля в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

4.2.2 Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью 300 см^3 помещают 80 см^3 воды, 10 см^3 раствора тартрата аммония, 2-3 капли раствора аммиака. В шесть из семи стаканов помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г никеля.

Раствор седьмого стакана является раствором контрольного опыта. Раствор из стаканов поочередно переводят в делительную воронку и далее поступают, как указано в 4.2.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам никеля строят градуировочный график.

4.3 Обработка результатов измерений

Массовую долю никеля X, %, 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 пробы в аликвотной части раствора, г.

4.4 Допустимая погрешность измерений

4.4.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля никеля	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0050 до 0,0150 включ.	0,0016	0,0022	0,0017
Св. 0,0150 » 0,0500 »	0,0050	0,0055	0,0043
» 0,0500 » 0,1500 »	0,0080	0,0084	0,0067

4.4.2 Контроль точности результатов анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

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

Аргон по ГОСТ 10157.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, $\rho = 1,40$ г/см^3, и разбавленная 1:1.

Титан губчатый марки ТГ-100 по ГОСТ 17746.

Никель марки Н22 по ГОСТ 849.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 0,1 г никеля растворяют в 15 см^3 раствора соляной кислоты и 5 см^3 раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании, выпаривают досуха. Затем прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Выпаривание повторяют еще раз при добавлении раствора соляной кислоты. Затем прибавляют 100 см^3 раствора соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор годен к применению в течение 3 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г никеля.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000005 г никеля.

5.2 Порядок проведения измерений

5.2.1 Навеску пробы массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают 70 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), колбу накрывают часовым стеклом или стеклянной воронкой и ведут растворение при нагревании на электроплите, поддерживая объем раствора в колбе примерно 40 см^3 добавлением того же раствора соляной кислоты.

После полного растворения навески добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения

фиолетовой окраски раствора и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 70 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения, прибавляют 3-4 капли азотной кислоты и кипятят в течение 1—2 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Измерение атомной абсорбции никеля проводят, как указано в таблице 2.

Таблица 2

Параметр	Значение
Тип атомизации	Электротермический
Ток лампы	10,0 мА
Длина волны	232,0 нм
Ширина щели прибора	0,2 нм
Температура сушки: I стадии II стадии	 323—373 К 373—573 К
Время сушки: I стадии II стадии	 5 с 10 с
Температура озоления: I стадии II стадии	 573—1273 К 1273—1773 К
Время озоления: I стадии II стадии	 5 с 10 с
Температура атомизации	2273—2973 К
Время атомизации	2 с
Температура очистки	2873 К
Время очистки	2 с
Скорость подачи аргона	200 см^3/мин

На стадии атомизации подачу аргона прекращают.

Перед измерением атомной абсорбции растворов пробы и контрольного опыта проводят построение градуировочного графика или градуирование прибора, если он работает в автоматическом режиме.

5.2.2 Построение градуировочного графика

5.2.2.1 При массовой доле никеля от 0,001 % до 0,003 % в шесть конических колб вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0 г губчатого титана с массовой долей никеля менее 0,001 % и проводят растворение, как указано в 5.2.1.

Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, в пять из шести мерных колб добавляют 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного никеля 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 мкг/см^3.

Раствор шестой колбы является раствором титана.

5.2.2.2 При массовой доле никеля свыше 0,003 % до 0,01 % в шесть конических колб вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0 г губчатого титана с массовой долей никеля менее 0,001 % и проводят растворение, как указано в 5.2.1.

Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, в пять из шести мерных колб

добавляют 6,0; 10,0; 12,0; 16,0; 20,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного никеля 0,30; 0,50; 0,60; 0,80; 1,0 $мкг/см^3$.

Раствор шестой колбы является раствором титана.

5.2.2.3 Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Микродозатором вместимостью 0,02 $см^3$ вводят в графитовую кювету последовательно раствор контрольного опыта, раствор пробы и растворы, содержащие стандартные растворы никеля, в порядке возрастания концентрации никеля.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих добавки стандартного раствора никеля, вычитают значение атомной абсорбции раствора титана. По полученным значениям разности атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям никеля ($мкг/см^3$) строят градуировочный график. Массовую концентрацию никеля в растворах контрольного опыта и пробы рассчитывают по градуировочному графику.

5.2.2.4 В том случае, когда прибор работает в автоматическом режиме и проводится его градуирование, навески губчатого титана массой по 1,0 г с массовой долей никеля менее 0,001 % помещают в восемь конических колб вместимостью 100 $см^3$, приливают по 70 $см^3$ раствора соляной кислоты и далее производят растворение, как указано в 5.2.1.

Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$.

При массовой доле никеля от 0,001 % до 0,003 % в три из четырех мерных колб с растворами губчатого титана добавляют 2,0; 4,0; 6,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного никеля 0,10; 0,20; 0,30 $мкг/см^3$.

При массовой доле никеля свыше 0,003 % до 0,01 % в три из четырех мерных колб с растворами губчатого титана добавляют 6,0; 12,0; 20,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного никеля 0,30; 0,60; 1,0 $мкг/см^3$.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 5.2.1.

Микродозатором вместимостью 0,02 $см^3$ вводят в графитовую кювету раствор губчатого титана, затем в порядке возрастания концентрации никеля растворы, содержащие добавки стандартного раствора никеля, и проводят градуировку прибора. Измерение атомной абсорбции никеля проводят в режиме по 5.2.1.

Затем вводят в графитовую кювету растворы контрольного опыта и пробы и проводят измерение атомной абсорбции никеля в режиме по 5.2.1.

После каждых 4-5 измерений атомной абсорбции проводят очистку графитовой кюветы: микродозатором вводят в нее воду и проводят процесс атомизации в режиме по 5.2.1.

5.3 Обработка результатов измерений

Массовую долю никеля X, %, вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация никеля в растворе пробы, $мкг/см^3$;

C_0 — массовая концентрация никеля в растворе контрольного опыта, $мкг/см^3$;

V — объем раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески.

5.4 Допустимая погрешность измерений

5.4.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

Массовая доля никеля	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0004	0,0003
Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0005	0,0006	0,0005

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

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б.

6 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295:546.74.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение никеля, экстракционно-фотометрический метод, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *В И Варенцова*
Компьютерная верстка *Е Н Мартемьяновой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 09 03 2000 Подписано в печать 12 04 2000 Усл печ л 0,93
Уч -изд л 0,75 Тираж 204 экз С 4857 Зак 319

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru