ГОСТ 851.3—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения никеля

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

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 февраля 1996 г. № 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

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

Группа В59

ГОСТ 851.3—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения никеля

Primary magnesium. Methods for determination of nickel

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

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/дм^3.

Натрий лимоннокислый — по ГОСТ 22280, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Спирт этиловый — по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим — по ГОСТ 5828, этанольный раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

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.

Издание официальное

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 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

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

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.

Таблица 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 мкм^3.

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 2.2.

Раствор Б: 1 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 2 мкг никеля.

Раствор В: 1 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 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 см^3. Смачивают водой и добавляют в каждый стакан небольшими порциями по 10 см^3 раствора соляной кислоты. Растворение ведут при комнатной температуре. После полного растворения навесок растворы переводят в мерные колбы вместимостью 50 или 100 см^3 (таблица 2).

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Объем мерной колбы, см^3	Стандартный раствор
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 $см^3$ стандартного раствора В или Б (см. таблицу 2), что соответствует массовой концентрации добавленного никеля 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 $мкг/см^3$.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 50 или 100 $см^3$ (см. таблицу 2) помещают 10 $см^3$ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Микрошприцем 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 проводят 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, $см^3/мин$ — 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 $мкг/см^3$ 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 проводится его градуировка, навески пробы массой по 0,5 г помещают в четыре стакана вместимостью 300 $см^3$ и далее проводят растворение, как указано в 3.3.1. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 50 или 100 $см^3$ (см. таблицу 2).

В три из четырех мерных колб с растворами пробы добавляют 2,5; 8,5; 15,0 $см^3$ стандартного раствора В или Б (см. таблицу 2), что соответствует массовой концентрации добавленного никеля 0,05; 0,17; 0,30 $мкг/см^3$.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 3.3.1.

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

Измерение атомной абсорбции никеля проводят в режиме по 3.3.1.

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

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

3.4 Обработка результатов анализа

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

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

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, г.

3.4.2 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 3.

Таблица 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	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.2; 3.2	ГОСТ 14261—77	3.2
ГОСТ 849—97	2.2; 3.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 22280—76	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1;1.4; 2.3.2; 2.4.3; 3.4.3
ГОСТ 3773—72	2.2	ТУ 6-09-1678—87	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2	ТУ 6-09-3404—73	2.2
ГОСТ 5828—77	2.2	Государственная фармакопея X	2.2
ГОСТ 6709—72	3.2		
ГОСТ 10157—79	3.2		

gost.e-ecolog.ru