УДК 669.25 : 546.74.06 : 006. 354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Метод определения никеля

COBALT
Method for the determination of nicel

ГОСТ 741.5—80

Взамен
ГОСТ 741.5—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения никеля от 0,001 до 1,5%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ (от 0,001 до 1,5%)

2.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в фотометрировании окрашенного соединения никеля с диметилглиоксимом после отделения никеля в виде диметилглиоксимата экстракцией хлороформом и последующей реэкстракцией никеля соляной кислотой.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1 и 3 : 2.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,5 н. раствор.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 49.
Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76, 10%-ный раствор.

gost.e-ecolog.ru

Хлороформ по ГОСТ 20015—74, перегнанный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 49.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1%-ный спиртовой раствор и 1%-ный раствор в 5%-ном растворе гидроокиси натрия.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, 20%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 5%-ный раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 3%-ный свежеприготовленный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Никель металлический по ГОСТ 849—70.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 0,1 г никеля растворяют в 10 мл азотной кислоты, разбавленной 3 : 2, добавляют 10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до выделения паров серного ангидрида, приливают 3—5 мл воды и повторяют выпаривание. Соли растворяют в небольшом объеме воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б: 50 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 15 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 4, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,02 мг никеля.

Раствор В: 50 мл раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора В содержит 0,01 мг никеля.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение никеля (при массовой доле от 0,001 до 0,010%)

Навеску кобальта массой 0,5 г растворяют в 20 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, кипятят для удаления окислов азота, выпаривают до 5 мл и разбавляют водой до 100 мл. Затем добавляют 5 мл 10%-ного раствора лимоннокислого натрия, 5—6 г хлористого аммония, 20 мл аммиака, 4 мл перекиси водорода и кипятят в течение 8—10 мин. Полученный раствор охлаждают, нейтрализуют избыток аммиака соляной кислотой до появления слабого запаха аммиака (pH 8,0—8,5), переносят в делительную воронку вместимостью 500 мл, разбавляют водой до 200 мл, прибавляют 120 мл 1%-ного спиртового раствора диметилглиоксима,

20 мл хлороформа и экстрагируют 1 мин диметилглиоксимат никеля. Экстрагирование повторяют еще раз с 10 мл хлороформа, сливая каждую порцию хлороформа во вторую делительную воронку. Верхний (водный) слой после двух экстракций отбрасывают. Объединенные экстракты промывают 2—3 раза разбавленным 1 : 49 аммиаком, добавляя его порциями 15, 10 и 5 мл. Промывание проводят до обесцвечивания водного слоя. Нижний хлороформный экстракт сливают в другую делительную воронку.

Для извлечения никеля из хлороформного экстракта в делительную воронку прибавляют 15 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты и энергично встряхивают 1 мин. Хлороформный слой сливают во вторую воронку и повторяют реэкстракцию 15 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты. Хлороформный слой второй делительной воронки отбрасывают, а солянокислые растворы сливают в стакан вместимостью 100 мл и осторожно выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 1—2 мл смеси азотной и соляной кислот 1 : 3 и снова выпаривают досуха. Затем повторяют выпаривание с 1 мл соляной кислоты.

Сухой остаток смачивают соляной кислотой, разбавляют 10 мл воды и переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл. К раствору в колбе добавляют при перемешивании 5 мл 20%-ного раствора виннокислого калия-натрия, 5 мл 5%-ного раствора гидроокиси натрия, 5 мл 3%-ного раствора надсернокислого аммония и 5 мл 1%-ного раствора диметилглиоксима в 5%-ном растворе гидроокиси натрия. Через 2—3 мин раствор доливают водой до метки и перемешивают. Спустя 5—6 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 440 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который добавлено 4—5 капель концентрированной соляной кислоты, 15 мл воды и все реактивы, в том же количестве что и при колориметрировании проб.

3.1.1. Содержание никеля находят по градуировочному графику.

В мерные колбы вместимостью по 50 мл отбирают микробюреткой 0; 0,5; 1; 2; 5 и 6 мл стандартного раствора В, разбавляют водой до 10 мл, затем прибавляют при перемешивании 5 мл 20%-ного раствора виннокислого калия-натрия и анализ проводят, как указано в п. 3.1.

3.2. Определение никеля (при массовой доле от 0,01 до 1,5%)

Навеску кобальта массой 0,2 г растворяют в 20 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, кипятят до удаления окислов азота, выпаривают до 5—10 мл и разбавляют водой в мерной колбе, объемы которых приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Объем мерной колбы, мл	Аликвотная часть, мл
От 0,01 до 0,04	—	Весь раствор
Св. 0,04 „ 0,1	100	25
„ 0,1 „ 0,4	100	10
„ 0,4 „ 0,6	100	5
„ 0,6 „ 0,8	200	10
„ 0,8 „ 1,5	500	10

При массовой доле никеля до 0,1% помещают соответствующую аликвотную часть (см. табл. 1) или весь раствор в стакан, доводят водой до 70—80 мл, добавляют 5 мл 10%-ного раствора лимоннокислого натрия, 2—3 г хлористого аммония, 15 мл аммиака, 2 мл перекиси водорода и кипятят 8—10 мин, после чего охлаждают, нейтрализуют избыток аммиака соляной кислотой до появления слабого запаха, переводят раствор в делительную воронку вместимостью 200—250 мл и добавляют 50—60 мл спиртового раствора диметилглиоксима.

При массовой доле никеля свыше 0,1% берут соответствующую аликвотную часть раствора, наливают в стакан вместимостью 100 мл, разбавляют водой до 20 мл, добавляют 5 мл 10%-ного раствора лимоннокислого натрия и нейтрализуют раствором аммиака до появления запаха, после чего приливают избыток 3—4 капли. Полученный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 мл и добавляют 15 мл 1%-ного спиртового раствора диметилглиоксима.

Экстракцию никеля из приготовленных растворов проводят одинаково для всех содержаний никеля. В делительную воронку прибавляют 20 мл хлороформа и, встряхивая в течение 1 мин, экстрагируют диметилглиоксимат никеля. Экстракцию повторяют еще раз с 10 мл хлороформа, сливая каждую порцию хлороформа во вторую делительную воронку. Верхний (водный) слой после двух экстракций отбрасывают. Объединенные хлороформные экстракты промывают 15 мл аммиака, разбавленного 1 : 49, и нижний хлороформный слой сливают в чистую делительную воронку.

Для извлечения никеля из хлороформного экстракта в делительную воронку прибавляют 15 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты и энергично встряхивают 1 мин. Хлороформный слой сливают во вторую делительную воронку и повторяют реэкстракцию 15 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты. Органический слой выбрасывают, а солянокислые растворы сливают в стакан вместимостью 100 мл (делительные воронки промывают 2—3 мл 0,5 н.

раствора соляной кислоты, которую добавляют к солянокислому раствору в стакане).

Раствор в стакане осторожно выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 1—2 мл смеси азотной и соляной кислот 1 : 3 и вновь выпаривают досуха. Затем повторяют выпаривание с 1 мл соляной кислоты. Сухой остаток смачивают соляной кислотой, добавляют 10 мл воды и переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл.

К раствору в колбе прибавляют при перемешивании 10 мл 20%-ного раствора виннокислого калия-натрия, 10 мл 5%-ного раствора гидроокиси натрия, 10 мл 3%-ного раствора надсернокислого аммония и 10 мл 1%-ного раствора диметилглиоксима в 5%-ном растворе гидроокиси натрия, через 2—3 мин доливают водой до метки и перемешивают. Спустя 5—6 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 440 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который добавлено 4—5 капель концентрированной соляной кислоты, 15 мл воды и все реактивы в том же количестве, что и при колориметрировании проб. Содержание никеля в пробе находят по градуировочному графику.

3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают микробюреткой 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10 мг никеля, разбавляют водой до 15 мл, прибавляют при перемешивании 10 мл 20%-ного раствора виннокислого калия-натрия и далее анализ проводят, как указано в п. 3.2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где m_1 — масса никеля, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески кобальта, г;

V_1 — общий объем раствора, мл;

V — объем аликвотной части раствора, мл.

4.2. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Допускаемые расхождения, отн. %
До 0,05	10
Св. 0,05 до 0,6	5
„ 0,6 „ 1,5	2

Изменение № 1 ГОСТ 741.5—80 Кобальт. Метод определения никеля

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 54 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 741.0—80 на ГОСТ 741.1—80.

Пункт 2.2. Заменить слова: 0,5 н. на 0,5 М, «10 %-ный раствор» на «раствор 100 г/$дм^3$», «1 %-ный спиртовой раствор и 1 %-ный раствор в 5 %-ном растворе гидроокиси натрия» на «спиртовой раствор 10 г/$дм^3$ и раствор 10 г/$дм^3$ в растворе гидроокиси натрия 50 г/$дм^3$»; «20 %-ный раствор» на «раствор 200 г/$дм^3$»; «5 %-ный раствор» на «раствор 50 г/$дм^3$»; «3 %-ный раствор» на «раствор 30 г/$дм^3$»;

после слов «по ГОСТ 849—70» дополнить словами: «марки «Н-0»;

заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—72.

Пункт 3.1. Исключить слова: «10 %-ного», «1 %-ного» (2 раза), «20 %-ного», «5 %-ного», «5 %-ном»; 0,5 н. (2 раза).

Пункт 3.1.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «*Построение градуировочного графика*»;

исключить слова: «микробюреткой», «20 %-ного».

Пункт 3.2. Исключить слова: «10 %-ного» (2 раза), «1 %-ного», «20 %-ного», «5 %-ного», «3 %-ного», «5 %-ном»; заменить слова: 0,5 н. на 0,5 М (3 раза).

Пункт 3.3. Исключить слова: «микробюреткой», «20 %-ного».

(Продолжение см. с. 76)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.5—80)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,003 включ.	0,0004
Св 0,003 » 0,006 »	0,001
» 0,006 » 0,012 »	0,002
» 0,012 » 0,025 »	0,004
» 0,025 » 0,05 »	0,008
» 0,05 » 0,1 »	0,01
» 0,1 » 0,2 »	0,02
» 0,2 » 0,4 »	0,03
» 0,4 » 0,6 »	0,04
» 0,6 » 1,5 »	0,05

(ИУС № 5 1986 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 741.5—80 Кобальт. Метод определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения никеля при массовой доле от 0,001 до 1,5 %».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Метод основан на измерении светопоглощения комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом при длине волны 440 нм после предварительного отделения его экстракцией хлороформом и последующей реэкстракцией».

Пункт 2.2. Первый абзац дополнить словами: «любого типа»;

дополнить абзацами (перед словами «Стандартные растворы никеля»): «Йод металлический по ГОСТ 4159—79, спиртовой раствор 10 г/дм^3.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор 200 г/дм^3».

Стандартные растворы никеля. Заменить значения: 0,1 мг на $1 \cdot 10^{-4}$ г; 0,02 мг на $2 \cdot 10^{-5}$ г; 0,01 мг на $1 \cdot 10^{-5}$ г;

заменить ссылку: ГОСТ 20015—74 на ГОСТ 20015—88.

Пункт 3.1. Последний абзац изложить в новой редакции: «Сухой остаток смачивают соляной кислотой, приливают 10 см^3 воды и переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. К раствору в колбе приливают при помешивании 5 см^3 раствора винно-кислого калия-натрия, 5 см^3 раствора гидроксида натрия, 5 см^3 раствора надсерно-кислого аммония и 5 см^3 раствора диметилглиоксима в растворе гидроксида натрия. Через 2—3 мин раствор доливают до метки водой. Спустя 5—6 мин измеряют светопоглощение раствора при длине волны 440 нм.

(Продолжение см. с. 36)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.5—80)

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта. Массу никеля находят по градуировочному графику»;

дополнить абзацем (после третьего): «Допускается проводить измерение светопоглощения раствора диметилглиоксимата никеля следующим образом: объединенные соляно-кислые реэкстракты переводят в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора серной кислоты и упаривают до появления паров серной кислоты, при этом в 2—3 приема добавляют по 0,5 см³ азотной кислоты для разрушения диметилглиоксимата никеля. Соли растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают в строгой последовательности при перемешивании 10 см³ раствора калия-натрия винно-кислого, 2 см³ спиртового раствора йода, 30 см³ раствора углекислого натрия, 5 см³ раствора диметилглиоксима и доливают до метки водой. Далее в соответствии с п. 3.1».

Пункты 3.1.1, 4.2 изложить в новой редакции: «3.1.1. В делительные воронки вместимостью 250 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 6,00 стандартного раствора В, что соответствует (0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,050; 0,06)·10⁻³ г никеля, разбавляют водой до объема 200 см³ и далее в соответствии с п. 3.1.

В качестве раствора сравнения используют градуировочный раствор, не содержащий никеля.

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

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода *(d)*, и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода *(D)*, не должны превышать значений, указанных в табл 2.

(Продолжение см. с. 37)

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	*D*
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0004	0,0006
Св. 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001
» 0,006 » 0,012 »	0,002	0,003
» 0,012 » 0,025 »	0,004	0,005
» 0,025 » 0,050 »	0,008	0,008
» 0,05 » 0,10 »	0,01	0,01
» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,02
» 0,20 » 0,40 »	0,03	0,03
» 0,40 » 0,60 »	0,04	0,04
» 0,60 » 1,50 »	0,05	0,05

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод определения никеля

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции никеля в пламени ацетилен-воздух при длине волны 232,1 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Источник излучения для никеля.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 1:1.

Кобальт по ГОСТ 123—78 марки КО, раствор азотно-кислого кобальта: навеску кобальта массой 10,00 г растворяют в 70 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1, выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 15—20 см³ воды и нагревают для растворения солей. Затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,1 г кобальта.

Никель металлический по ГОСТ 849—70.

Стандартный раствор никеля: 0,1000 г металлического никеля растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты 1:1, кипятят для удаления оксидов азота, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит $0{,}1 \cdot 10^{-3}$ г никеля.

5.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой, указанной в табл. 1, растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты 1:1, и используют для анализа весь раствор или аликвотную часть в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля никеля, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, см³	Аликвотная часть, см³
От 0,01 до 0,15 включ.	1,0000	100	Весь раствор
Св. 0,15 » 1,00 »	0,5000	100	10
» 1,0 » 1,5 »	0,2500	100	10

(Продолжение см. с. 38)

Раствор выпаривают до объема 5—10 см³, растворяют в 20 см³ воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Распыляют в пламя растворы контрольного опыта, затем анализируемые растворы и градуировочные растворы в порядке увеличения концентрации никеля до получения стабильных показаний

Концентрацию никеля в анализируемых растворах находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию никеля в растворе контрольного опыта.

5.4. Построение градуировочного графика при массовой доле никеля до 0,15 %

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00 см³ стандартного раствора никеля, что соответствует (0; 0,50; 1,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00)·10^{-6} г/см³, приливают 5 см³ раствора азотнокислого кобальта и доводят до метки водой.

Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух в соответствии с п. 5.3.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им значениям концентраций никеля строят градуировочный график с поправкой на значение абсорбции градуировочного раствора, не содержащего никель.

5.5. Построение градуировочного графика при массовой доле никеля свыше 0,15 %

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00 см³ стандартного раствора никеля, что соответствует (0; 0,50; 1,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00)·10^{-6} г/см³, доводят до метки водой и распыляют растворы в пламя в соответствии с п. 5.4.

5.6. Обработка результатов

5.6.1. Массовую долю никеля *(X)* в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация никеля в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески кобальта, г.

5.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода *(d)*, и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода *(D)*, не должны превышать значений, приведенных в табл. 2».

(ИУС № 2 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru