УДК 669.74:546.74.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
Метод определения содержания никеля

Metallic manganese. Method for the determination of nickel content

ГОСТ 16698.7—71

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17/II 1971 г. № 260 срок введения установлен

с 1/VII 1972 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на металлический марганец и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания никеля (при содержании никеля от 0,0002 до 0,1%).

Метод основан на образовании окрашенного в винно-красный цвет растворимого комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя — надсернокислого аммония.

При содержании никеля до 0,02% комплексное соединение никеля с диметилглиоксимом отделяют от мешающих элементов путем экстракции хлороформом.

Предварительно проводят отделение никеля от больших количеств марганца путем фракционного осаждения совместно с железом в виде сульфидов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16698.0—71.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-М или другого типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и 0,5 н раствор, 20%-ный раствор и разбавленная 1 : 1.

Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053—66, 10%-ный и 1%-ный растворы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—65.

Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 3160—51.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64 и разбавленный 1 : 50.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—70 (сегнетова соль), 20%-ный раствор.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 20%-ный раствор.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 3766—64, 5%-ный раствор.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—67, щелочной раствор и 1%-ный спиртовой раствор; щелочной раствор готовят следующим образом: 10 *г* диметилглиоксима растворяют на холоду в 1 *л* 5%-ного раствора едкого натра.

Железо азотнокислое по ГОСТ 4111—65, раствор, содержащий 0,0005 *г* железа в 1 *мл*.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65, 20%-ный раствор.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 20%-ный раствор.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензосульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, раствор 1 *г/л*.

Стандартный раствор никеля; готовят следующим образом: 0,1 *г* электролитического никеля растворяют в 5—10 *мл* разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, кипятят для удаления окислов азота, переносят в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доливают водой до метки и хорошо перемешивают.

1 *мл* раствора содержит 0,0001 *г* никеля.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При содержании никеля от 0,0002 до 0,001%

Навеску металлического марганца 10 *г* (при содержании никеля от 0,0002 до 0,0005%) и 5 *г* (при содержании никеля свыше 0,0005 до 0,001%) помещают в стакан вместимостью 400—500 *мл* и накрывают часовым стеклом. Слегка сдвинув часовое стекло, приливают небольшими порциями (во избежание разбрызгивания) 50—60 *мл* концентрированной соляной кислоты. После прекращения бурной реакции содержимое стакана нагревают для окончательного растворения всей навески, а затем обмывают часовое стекло и выпаривают раствор до образования влажных солей. Содержимое стакана растворяют в горячей воде, разбавляют приблизительно до 200 *мл* водой, прибавляют в качестве коллектора 5 *мл* раствора азотнокислого железа, нагревают до кипения и медленно, по каплям, прибавляют 10%-ный раствор сернистого натрия до прекращения появления черного осадка сульфида железа, содержащего никель, и появления светлого, медленно исчезающего осадка сернистого марганца. Содержимое стакана ки-

пятят в течение 5 *мин*, после чего дают отстояться и фильтруют через фильтр «синяя лента».

Осаждение железа и никеля считается законченным, если капли раствора сернистого натрия вызывают лишь потемнение первых порций фильтрата. Если образуется интенсивное черное окрашивание, фильтрат сливают в неотфильтрованный раствор, который снова нагревают, и остаток железа доосаждают добавлением раствора сернистого натрия. Отфильтрованный осадок сульфидов железа и никеля промывают один раз холодным 1%-ным раствором сернистого натрия, смывают с фильтра водой в тот же стакан, где велось осаждение, и растворяют основной осадок и остатки на фильтре в 20—25 *мл* горячего 20%-ного раствора соляной кислоты. Фильтр промывают бромной водой до исчезновения черных частиц нерастворившихся сульфидов и полного окисления железа в фильтрате. Для удаления избытка брома раствор кипятят, добавляют кристаллик сернокислого гидразина и выпаривают до образования влажных солей, которые растворяют в 10—15 *мл* горячей воды. К охлажденному раствору прибавляют 10 *мл* раствора солянокислого гидроксиламина, 20 *мл* раствора сегнетовой соли, раствор аммиака до щелочной реакции (по лакмусовой бумаге) и 2 *мл* спиртового раствора диметилглиоксима. Полученный раствор (объемом около 40—60 *мл*) переносят в делительную воронку вместимостью 100 *мл* и экстрагируют хлороформом, прибавляя его по 5 *мл* и энергично взбалтывая каждый раз в течение 1 *мин*. Соединенные хлороформные экстракты в делительной воронке встряхивают с 10 *мл* разбавленного 1:50 аммиака и несколькими каплями раствора сегнетовой соли. Хлороформный слой отделяют и затем встряхивают 1—2 *мин* с 3—4 порциями по 5 *мл* 0,5 н раствора соляной кислоты для перевода никеля из хлороформного раствора в водный и собирают раствор в мерную колбу вместимостью 100 *мл*. К содержимому колбы объемом около 20 *мл* прибавляют 5 *мл* раствора сегнетовой соли, 10 *мл* 10%-ного раствора едкого натра, 10 *мл* 5%-ного раствора надсернокислого аммония и 10 *мл* щелочного раствора диметилглиоксима. После прибавления каждого реактива растворы перемешивают. Через 10 *мин* (время, необходимое для развития окраски) мерную колбу заполняют водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 480—520 *ммк*) в кювете с толщиной слоя 50 *мм*. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание никеля в реактивах.

3.2. При содержании никеля от 0,001 до 0,02%

Навеску металлического марганца 1 *г* (при содержании никеля от 0,001 до 0,005%), 0,5 *г* (при содержании никеля свыше

0,005 до 0,01%) или 0,25 *г* (при содержании никеля свыше 0,01 до 0,02%) помещают в стакан вместимостью 250—300 *мл* и накрывают часовым стеклом. Слегка сдвинув часовое стекло, прибавляют небольшими порциями (во избежание разбрызгивания) 20—25 *мл* разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. После прекращения выделения бурых окислов азота содержимое стакана нагревают на песчаной бане для окончательного растворения всей навески, а затем выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 20—25 *мл* концентрированной соляной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают, а затем снова выпаривают содержимое досуха. Обработку соляной кислотой с последующим выпариванием досуха повторяют. К сухому остатку приливают 5—7 *мл* концентрированной соляной кислоты, нагревают до растворения солей, разбавляют небольшим количеством горячей воды и отфильтровывают кремниевую кислоту через фильтр средней плотности в стакан вместимостью 450—500 *мл*. Фильтр с осадком промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают. Фильтрат разбавляют водой приблизительно до 200 *мл*, прибавляют раствор углекислого аммония до выпадения осадка гидроокиси железа, который растворяют, прибавляя по каплям разбавленную 1 : 1 соляную кислоту, нагревают до кипения и по каплям прибавляют 10%-ный раствор сернистого натрия до прекращения выделения черного осадка сульфида железа, содержащего никель, и появления светлого медленно исчезающего осадка сернистого марганца (в данном случае коллектором служит железо, содержащееся в образцах металлического марганца). Содержимое стакана кипятят в течение 5 *мин*, затем дают отстояться и фильтруют через фильтр «синяя лента». Осаждение железа и никеля считается законченным, если капля раствора сернистого натрия вызывает лишь потемнение первых порций фильтрата. Если образуется интенсивное черное окрашивание, фильтрат сливают в неотфильтрованный раствор, который снова нагревают, и остаток железа доосаждают добавлением раствора сернистого натрия. Осадок на фильтре и стакан промывают один раз холодным 1%-ным раствором сернистого натрия. Осадок сульфидов железа и никеля смывают горячей водой в стакан, в котором велось осаждение. Приставшие к фильтру частицы осадка растворяют в 20—25 *мл* царской водки, собирая стекающий с фильтра раствор в стакан с основным осадком, а затем промывают фильтр несколько раз горячей водой. Раствор кипятят до полного растворения осадка сульфидов железа и никеля и фильтруют через быстрофильтрующий фильтр. Серу на фильтре и стакан промывают несколько раз горячей водой. Раствор помещают в небольшую фарфоровую чашку, выпаривают на водяной бане досуха и двукратной обработкой концентрированной соляной кислотой по 10—15 *мл* с последующим выпариванием досуха, удаляют азотную кислоту. Остаток в чашке смачивают

2—3 каплями концентрированной соляной кислоты, растворяют в небольшом количестве воды, переносят в стакан вместимостью 100 *мл* и выпаривают до объема 10 *мл*. К охлажденному раствору приливают 10 *мл* раствора солянокислого гидроксиламина, 30 *мл* 20%-ного раствора сегнетовой соли, раствор аммиака до щелочной реакции (по лакмусовой бумаге) и 2 *мл* 1%-ного спиртового раствора диметилглиоксима. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

3.3 При содержании никеля от 0,02 до 0,1%

Навеску металлического марганца 1 *г* помещают в стакан вместимостью 250—300 *мл* и накрывают часовым стеклом. Слегка сдвинув часовое стекло, прибавляют небольшими порциями (во избежание разбрызгивания) 25 *мл* разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. После прекращения выделения бурых окислов азота содержимое стакана нагревают на песчаной бане для окончательного растворения всей навески, а затем выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 25 *мл* концентрированной соляной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают, а затем снова выпаривают содержимое досуха. Обработку соляной кислотой с последующим выпариванием досуха повторяют. К сухому остатку приливают 5—7 *мл* концентрированной соляной кислоты, нагревают до растворения солей, разбавляют небольшим количеством горячей воды и отфильтровывают кремниевую кислоту через фильтр средней плотности в стакан вместимостью 450—500 *мл*. Фильтр с осадком промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают. Фильтрат разбавляют водой приблизительно до 250—300 *мл*, добавляют 5—7 *г* лимонной кислоты, нейтрализуют раствор аммиаком до появления слабого запаха, нагревают до 50—60°С и осаждают никель спиртовым раствором диметилглиоксима, добавляя его в количестве 25 *мл*. Раствор с осадком тщательно перемешивают и выдерживают на плите при 50°С в течение 10—15 *мин*.

Осадок глиоксимата никеля переносят на фильтр средней плотности, промывают 10—12 раз теплой водой, растворяют в 30 *мл* горячей разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и промывают горячей водой 8—10 раз. К фильтрату добавляют 2—3 *мл* лимонной кислоты, 2—3 капли метилового оранжевого, раствор аммиака до изменения цвета индикатора и осаждают глиоксимат никеля 20 *мл* спиртового раствора диметилглиоксимата на холоду.

Раствор с осадком тщательно перемешивают и оставляют на 20—30 *мин*. Осадок глиоксимата никеля переносят на фильтр средней плотности, промывают 8—10 раз горячей водой, а затем растворяют в 30 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и промывают фильтр 8—10 раз горячей водой. Фильтрат выпаривают до 5—10 *мл*, разбавляют водой, переливают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доводят водой до метки и перемешивают.

После этого отбирают аликвотную часть раствора: 25 *мл* (при содержании никеля от 0,02 до 0,05%) или 10 *мл* (при содержании никеля свыше 0,05 до 0,1%), помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, прибавляют 10 *мл* 20%-ного раствора сегнетовой соли, 10 *мл* 20%-ного раствора едкого натра, 10 *мл* 5%-ного раствора надсернокислого аммония и 10 *мл* 1%-ного щелочного раствора диметилглиоксима. После прибавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают. Для развития окраски раствору дают постоять в течение 5—7 *мин*, а затем доливают до метки водой и снова перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 480—520 *ммк*) в кювете с толщиной слоя 50 или 30 *мм*. В качестве раствора сравнения применяют воду. Одновременно проводят контрольный опыт на содержание никеля в реактивах.

3.3.1. *Построение калибровочного графика при содержании никеля от 0,0002 до 0,02%*

В пять мерных колб вместимостью по 100 *мл* помещают 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 *мл* стандартного раствора никеля, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 *мг* никеля. В шестую колбу стандартный раствор не вносят, она служит для определения поправки на содержание никеля в реактивах. В каждую колбу прибавляют по 5 *мл* 20%-ного раствора сегнетовой соли, по 5 *мл* 20%-ного раствора едкого натра, по 10 *мл* 5%-ного раствора надсернокислого аммония и по 10 *мл* 1%-ного щелочного раствора диметилглиоксима. После выдержки в течение 3 *мин* колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 480—520 *ммк*) в кювете с толщиной слоя 50 *мм*. В качестве раствора сравнения применяют воду.

По найденным значениям оптической плотности с учетом поправки на загрязнение реактивов и соответствующим концентрациям никеля строят калибровочный график.

3.3.2. *Построение калибровочного графика при содержании никеля от 0,02 до 0,1%*

В четыре мерные колбы вместимостью по 100 *мл* помещают 0,5; 0,75; 1,0 и 1,25 *мл* стандартного раствора никеля, что соответствует 0,05; 0,075; 0,1 и 0,125 *мг* никеля. В пятую колбу стандартный раствор не вносят, она служит для определения поправки на содержание никеля в реактивах. В каждую колбу прибавляют по 20 *мл* воды, по 5 *мл* раствора сегнетовой соли, по 10 *мл* раствора едкого натра до явно щелочной реакции, по 10 *мл* раствора надсернокислого аммония и по 10 *мл* щелочного раствора диметилглиоксима. После прибавления каждого реактива содержимое колб перемешивают. Для развития окраски дают раство-

рам постоять 10—15 *мин,* после чего доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 480—520 *ммк)* в кювете с толщиной слоя 50 *мм.* В качестве раствора сравнения применяют воду.

По найденным значениям оптической плотности растворов с учетом поправки на загрязнение реактивов и соответствующим концентрациям никеля строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание никеля в металлическом марганце (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

g — количество никеля, найденное по калибровочному графику, в *мг*;

G — навеска, соответствующая аликвотной части раствора, в *г*.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание никеля в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,0002 до 0,001	0,0001
Св. 0,001 » 0,005	0,0005
» 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,1	0,006

Изменение № 1 ГОСТ 16698.7—71 Марганец металлический. Метод определения содержания никеля

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.05.84 № 1703 срок введения установлен

с 01.12.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Наименование стандарта *изложить в новой редакции:* **«Марганец металлический и марганец металлический азотированный. Методы определения никеля**

Metallic manganese and nitrated manganese. Methods for the determination of nickel».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения никеля при массовой доле никеля в металлическом марганце и металлическом азотированном марганце от 0,005 до 0,05 %».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 16698.0—71 на ГОСТ 13020.0—75.

(Продолжение см. стр. 62)

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73».

Разделы 2—4 исключить.

Стандарт дополнить разделами — 5, 6:

«5. **Фотометрический метод**

5.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в винно-красный цвет растворимого комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя — надсернокислого аммония и измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 530 до 550 нм.

Предварительно проводят отделение никеля от больших количеств марганца путем фракционного осаждения его совместно с железом в виде сульфидов.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

(Продолжение см. стр. 63)

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

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

Натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, растворы с массовой долей 1 и 10 %.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, раствор с массовой долей 20 %.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5849—79, раствор с массовой долей 20 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 5 %

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой долей 5 %.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, щелочной раствор; готовят следующим образом: 10 г диметилглиоксима растворяют на холоде в 1 $дм^3$ раствора гидроокиси натрия.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 20 %.

Никель металлический по ГОСТ 849—70.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г никеля растворяют в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, прибавляют 50 $см^3$ воды, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация никеля в растворе А равна 0,0001 г/$см^3$.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация никеля в растворе Б равна 0,00001 г/$см^3$.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску металлического марганца или металлического азотированного марганца массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$ и накрывают часовым стеклом. Слегка сдвинув часовое стекло, прибавляют небольшими порциями 20 $см^3$ раствора азотной кислоты. После прекращения выделения бурых окислов азота содержимое стакана нагревают на песчаной бане для окончательного растворения всей навески, затем выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 20 $см^3$ соляной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают, затем снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой с последующим выпариванием досуха повторяют. К сухому остатку прибавляют 5 $см^3$ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, разбавляют небольшим количеством горячей воды и отфильтровывают кремниевую кислоту через фильтр средней плотности в стакан вместимостью 500 $см^3$. Фильтр с осадком промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают. Фильтрат разбавляют водой до 200 $см^3$, прибавляют раствор углекислого аммония до выпадения осадка гидроокиси железа, который растворяют, прибавляя по каплям раствор соляной кислоты, нагревают до кипения и по каплям прибавляют раствор сернистого натрия с массовой долей 10 % до прекращения выделения черного осадка сульфида железа, содержащего никель, и появления светлого медленно исчезающего осадка сернистого марганца (в данном случае коллектором служит железо, содержащееся в навеске). Содержимое стакана кипятят в течение 5 мин, затем дают отстояться и фильтруют через плотный фильтр. Осаждение железа и никеля считается законченным, если капля раствора сернистого натрия вызывает лишь потемнение первых порций фильтрата. Если образуется интенсивное черное окрашивание, фильтрат сливают в неотфильтрованный раствор, который снова нагревают, и остаток железа доосаживают добавлением раствора сернистого натрия. Осадок на фильтре и стакан промывают один раз холодным раствором сернистого натрия с массовой долей 1 %. Осадок сульфидов железа и никеля растворяют на фильтре в 20 $см^3$ царской водки, собирая стекающий с фильтра раствор в стакан, где велось осаждение. Фильтр промывают несколько раз горячей водой. Раствор выпаривают досуха, остывший стакан смывают 10 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой

(Продолжение см. стр. 64)

повторяют дважды. Таким образом удаляют азотную кислоту. Остаток в стакане смачивают 5 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, прибавляют 30 см³ воды, выпаривают до объема 10 см³. К охлажденному раствору приливают 10 см³ гидроксиламина, нагревают до обесцвечивания раствора, охлаждают, приливают 30 см³ раствора виннокислого калия-натрия, 10 см³ гидроокиси натрия, 10 см³ надсернокислого аммония и 10 см³ щелочного раствора диметилглиоксима После прибавления каждого реактива растворы перемешивают. Переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны 530 нм или спектрофотометре в диапазоне длин волн от 530 до 550 нм.

После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора анализируемой пробы находят массу никеля по градуировочному графику

5.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ отбирают 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 25,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00025 г никеля. В шестую колбу стандартный раствор не приливают.

Во все колбы приливают по 5 см³ раствора виннокислого калия-натрия, 5 см³ раствора гидроокиси натрия, 10 см³ раствора надсернокислого аммония и 10 см³ щелочного раствора диметилглиоксима и далее анализ проводят, как указано в п 5.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора никеля.

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

5.4 Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора,

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,010	0,003
Св. 0,010 » 0,020	0,007
» 0,020 » 0,050	0,010

6. Атомно-абсорбционный метод

6.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески в хлорной и фтористоводородной кислотах, распылении раствора в пламя воздух-ацетилен и измерении атомной абсорбции никеля при длине волны 232 нм.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любого типа.

Баллон с газообразным ацетиленом по ГОСТ 5457—75

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха; баллон со сжатым воздухом или сжатый воздух из воздухопровода.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная плотностью 1,53 или 1,67.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—82.

(Продолжение см. стр. 65)

Остальные реактивы и растворы — по п. 5.2.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Навеску металлического или металлического азотированного марганца массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, добавляют 10 см³ хлорной кислоты и 10 см³ фтористоводородной кислоты, растворяют при нагревании и упаривают до удаления паров хлорной кислоты. Стенки чашки обмывают водой и упаривают досуха. В охлажденную чашку прибавляют 10 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, затем прибавляют 50—60 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Распыляют раствор контрольного опыта и раствор анализируемой пробы в пламя воздух-ацетилен до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед распылением каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки. Измеряют атомную абсорбцию при длине волны 232 нм.

После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора анализируемой пробы находят массовую концентрацию никеля в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику.

6.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести платиновых или стеклоуглеродистых чашек приливают 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 25,0 см³

(Продолжение см. стр. 66)

стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00025 г никеля Шестая чашка, не содержащая стандартный раствор, служит для проведения контрольного опыта. Затем в каждую чашку помещают навеску металлического марганца массой 0,5 г, приливают по 10 см³ хлорной и по 10 см³ фтористоводородной кислот и далее анализ проводят, как указано в п. 6.3.1.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор никеля, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующим им концентрациям никеля.

6.4. Обработка результатов

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

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

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

v — общий объем раствора, см³;

m — масса навески, г.

6.4 2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице (см. п. 5.4 2)».

(ИУС № 9 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 16698.7—71 Марганец металлический и марганец металлический азотированный. Методы определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.09.89 № 2979

Дата введения 01.05.90

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Пункт 5.2. Исключить ссылку: ГОСТ 5849—79.

Пункт 5.3.1. Первый абзац дополнить словами: «Раствором сравнения служит вода»

Пункты 5.4.2, 6.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли никеля приведены в таблице

(Продолжение см. с. 98)

Массовая доля никеля, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения δ
От 0,005 до 0,01 включ.	0,002	0,003	0,003	0,003	0,002
Св. 0,01 » 0,02 »	*0,006*	*0,007*	*0,006*	*0,007*	*0,004*
» 0,02 » 0,05 »	0,008	0,010	0,008	0,010	0,005

6.4 2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли никеля приведены в таблице»

(ИУС № 1 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru