МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

Издание официальное

БЗ 4—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.3:546.74.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕДЬ

Методы определения никеля

ГОСТ 13938.6—78

Copper. Methods for determination of nickel

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,0005 до 0,5 %) методы определения никеля в меди марок в соответствии с ГОСТ 859.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 13938.1.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ
(при массовой доле никеля от 0,0005 до 0,5 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного соединения никеля с диметилглиоксимом в среде аммиака или гидроксида натрия после отделения никеля в виде диметилглиоксимата экстракцией хлороформом и реэкстракции никеля соляной кислотой. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 434—450 нм. Медь связывают тиосульфатом натрия в бесцветный комплекс при pH 6,2—6,8.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

pH-метр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 3:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 0,5 н. раствор и разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота винная (виннокаменная кислота) по ГОСТ 5817.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1 и 1:49.

Бром по ГОСТ 4109, насыщенный водный раствор (бромная вода).

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой свежеприготовленный раствор 5 г/дм^3 и раствор 10 г/дм^3 в растворе гидроксида натрия 80 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 80, 100 и 400 г/дм^3.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, раствор 500 г/дм^3 и раствор 10 г/дм^3 в растворе гидроксида натрия с массовой концентрацией 400 г/дм^3.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 2000
Переиздание с Изменениями

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068, 50 %-ный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Ацетатный буферный раствор; готовят следующим образом: 300 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см^3 воды и устанавливают pH раствора (6,5±0,3) прибавлением уксусной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Тартратный буферный раствор; готовят следующим образом: 150 г винной кислоты растворяют в 500 см^3 воды и устанавливают pH раствора (6,5±0,3) прибавлением раствора 400 г/дм^3 гидроокиси натрия. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Йод по ГОСТ 4159, спиртовой раствор 10 г/дм^3.

Никель по ГОСТ 849.

Никель сернокислый по ГОСТ 4465.

Растворы никеля стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 4,784 г сернокислого никеля помещают в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 50 см^3 воды, 1 см^3 серной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки и перемешивают.

При применении металлического никеля 1,000 г никеля при нагревании растворяют в 50 см^3 соляной кислоты и 20 см^3 перекиси водорода, раствор охлаждают, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 100 см^3 воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг никеля. Такой же раствор может быть приготовлен следующим образом: навеску никеля массой 1,0 г растворяют при нагревании в 20—25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 3:2, и выпаривают раствор до объема 3—5 см^3. Затем добавляют 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения приливают 100—150 см^3 воды, растворяют соли и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, прибавляют 1 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг никеля.

Раствор В; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,01 мг никеля.

Растворы Б и В применяют свежеприготовленными.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929.

Медь по ГОСТ 859 (с массовой долей никеля меньше 0,0005 %).

Растворы меди.

Раствор А; готовят следующим образом: 25,0 г меди растворяют в 200 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, раствор нагревают до удаления окислов азота, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,1 г меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,01 г меди. Раствор устойчив в течение 8 ч.

Калий-натрий виннокислый (сегнетова соль) по ГОСТ 5845, раствор 200 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 30 г/дм^3. Допускается применение других реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в стандарте.

Смесь соляной и азотной кислот в отношении 3:1, применяют свежеприготовленной.

Кислота лимонная, раствор 100 г/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4, 5).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Определение никеля при массовой доле его от 0,0005 до 0,005 %*

Навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и прибавляют 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. После прекращения бурной реакции раствор осторожно кипятят до удаления окислов азота (7—10 мин), выпаривают примерно до 3 см^3, к раствору прибавляют 10 см^3 воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, прибавляют раствор аммиака, разбавленный 1:1, до появления осадка гидроокисей, затем по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:3, до раство-

рения осадка. К раствору приливают 3 см³ тартратного буферного раствора, 3 см³ ацетатного буферного раствора и 25 см³ раствора серноватистокислого натрия. Величину pH раствора (6,5±0,3) контролируют при помощи pH-метра. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см³, приливают 2 см³ спиртового раствора диметилглиоксима, перемешивают и раствор выдерживают 1—2 мин.

К содержимому воронки прибавляют 5 см³ (для анализа по п. 2.3.1) хлороформа или 10 см³ (для анализа по п. 2.3.1а) и экстрагируют соединение никеля в течение 1 мин. Хлороформный экстракт отделяют и помещают в другую делительную воронку. К водному раствору в воронке прибавляют еще 5 см³ (для анализа по п. 2.3.1) или 10 см³ (для анализа по п. 2.3.1а) хлороформа и повторяют экстракцию. Сливают экстракты в стакан, в котором проводили разложение пробы, аммиачные растворы отбрасывают. Хлороформный экстракт присоединяют к объединенному хлороформному экстракту.

К объединенным хлороформным экстрактам прибавляют 5 см³ (для анализа по п. 2.3.1) или 10 см³ (для анализа по п. 2.3.1а) 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты и реэкстрагируют никель в течение 1 мин, хлороформ сливают в другую делительную воронку и повторяют еще два раза. Экстракты помещают в стакан вместимостью 100 см³.

При работе в среде аммиака реэкстракты собирают в стакан вместимостью 100 см³, нагревают до кипения и упаривают до объема 7—10 см³, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см³ и последовательно приливают 2 см³ спиртового раствора диметилглиоксима, 5 см³ раствора надсернокислого аммония и 5 или 10 см³ аммиака, разбавленного 1:1.

При работе в среде гидроксида натрия реэкстракты помещают в стакан вместимостью 100 см³ и последовательно прибавляют 1 см³ раствора лимонной кислоты, 2 см³ раствора аммония надсернокислого, 10 см³ раствора гидроксида натрия (80 г/дм³) и 1 см³ раствора диметилглиоксима в растворе гидроксида натрия. Раствор нагревают до 60 °С и оставляют при этой температуре на 5 мин. Затем охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют, как описано выше.

Массу никеля определяют по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 2.4.1.

Одновременно проводят два контрольных опыта, выполняя те же операции и приливая те же реактивы, что и при анализе пробы. Среднюю величину оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

2.3.1а. Для меди, содержащей труднорастворимые соединения никеля, вскрытие навески осуществляют следующим образом: навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ смеси соляной и азотной кислот и выпаривают при нагревании до влажных солей. Затем добавляют 10 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Эту операцию повторяют еще два раза. После охлаждения сухой остаток смачивают 3 см³ соляной кислоты, приливают 10 см³ воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, прибавляют аммиак, разбавленный 1:1, до появления осадка гидроксидов и затем по каплям раствор соляной кислоты 0,5 моль/дм³ до растворения осадка. К полученному раствору приливают 3 см³ тартратного буферного раствора и 3—5 см³ ацетатного буферного раствора до растворения осадка. Добавляют 35 см³ раствора тиосульфата натрия и затем еще по каплям до обесцвечивания раствора (до полного восстановления меди). Далее продолжают по п. 2.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 5).

2.3.2. *Определение никеля при массовой доле его от 0,005 до 0,05 %*

Навеску меди массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и поступают далее, как указано в п. 2.3.1.

Для экстракции соединения никеля используют дважды по 10 см³ хлороформа и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.1.

Из объединенных хлороформных экстрактов дважды реэкстрагируют никель 0,5 г/дм³ раствором соляной кислоты, применяя каждый раз по 10 см³ кислоты и встряхивая содержимое воронки в течение 1 мин. Солянокислые растворы сливают в стакан вместимостью 50 см³, нагревают до кипения, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Прибавляют последовательно 2 см³ бромной воды или 2 см³ спиртового раствора йода, 2 см³ раствора диметилглиоксима и 20 см³ раствора углекислого натрия, доливают раствор водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 450 нм в кювете с оптимальной толщиной слоя.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности раствора служит вода.

Одновременно проводят два контрольных опыта так, как указано в п. 2.3.1. Экстракцию, реэкстракцию и измерение оптической плотности раствора выполняют так, как указано выше.

Среднюю величину оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу никеля определяют по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 2.4.2.

2.3.3. *Определение никеля при массовой доле его от 0,05 до 0,5 %*

Навеску меди массой 1,0 г растворяют и упаривают, как указано в п. 2.3.1.

Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. 10 см^3 раствора переводят пипеткой в стакан вместимостью 100 см^3, прибавляют раствор аммиака, разбавленный 1:1, до появления осадка гидроокисей, а затем по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:3, до растворения осадка. К раствору приливают 3 см^3 тартратного буферного раствора, 3 см^3 ацетатного буферного раствора, 2,5 см^3 серноватистокислого натрия, перемешивают и устанавливают величину pH (6,5±0,3). Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3 и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.2.

Одновременно проводят два контрольных опыта. Для этого в стакан вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. К остатку прибавляют 1 см^3 0,5 г/дм^3 раствора соляной кислоты, 3 см^3 тартратного буферного раствора, 3 см^3 ацетатного буферного раствора, 2,5 см^3 серноватистокислого натрия, перемешивают и устанавливают pH (6,5±0,3). Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3 и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.2.

Среднюю величину оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу никеля устанавливают по градуировочному графику, построенному, как указано в п. 2.4.3.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4. Построение градуировочного графика

2.4.1. *Построение градуировочного графика при массовой доле никеля от 0,0005 до 0,005 %*

В стаканы вместимостью 100 см^3 отбирают по 10 см^3 раствора меди А и 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора никеля В, что соответствует 0; 5; 10; 20; 30; 40 и 50 мкг никеля. Контрольным опытом служит раствор меди без добавления стандартного раствора никеля. Растворы выпаривают примерно до 3 см^3. Остаток растворяют в 10 см^3 воды и далее поступают так, как указано в п. 2.3.1 или 2.3.1а.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

2.4.2. *Построение градуировочного графика при массовой доле никеля от 0,005 до 0,05 %*

В стаканы вместимостью 100 см^3 отбирают по 10 см^3 раствора меди А и 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 50; 100; 200; 300; 400 и 500 мкг никеля. Контрольным опытом служит раствор меди без добавления стандартного раствора никеля.Растворы выпаривают примерно до 3 см^3, остаток растворяют в 10 см^3 воды, переводят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см^3 и далее проводят анализ так, как указано в п. 2.3.2.

2.4.3. *Построение градуировочного графика при массовой доле никеля от 0,05 до 0,5 %*

В стаканы вместимостью 100 см^3 отбирают по 10 см^3 раствора меди Б и 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора никеля Б, что соответствует 0; 50; 100; 200; 300; 400 и 500 мкг никеля. Контрольным опытом служит раствор меди без добавления стандартного раствора никеля. Растворы выпаривают примерно до 3 см^3. Остаток растворяют в 10 см^3 воды, переводят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см^3 и далее поступают так же, как указано в п. 2.3.3.

По значениям оптических плотностей растворов, найденным в пп. 2.4.1—2.4.3, и соответствующим им содержаниям никеля строят градуировочные графики.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

2.4.4. Допускается использование электролита после выделения меди в соответствии с ГОСТ 13938.1.

В электролит добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 5—10 см^3 воды и выпаривание повторяют.

К охлажденному остатку приливают 30—50 см^3 воды, кипятят в течение 5—7 мин, охлаждают и, если есть нерастворимый остаток, фильтруют на плотный фильтр, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100, 200 или 500 см^3 в зависимости от массовой доли никеля. Остаток на фильтре промывают 4—5 раз водой и фильтр отбрасывают. Фильтрат в мерной колбе разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть, содержащую никеля в интервале 0,005—0,05 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3; приливают 2,5 см^3 раствора сегнетовой соли, 7,5 см^3 раствора гидроксида натрия (100 г/дм^3), 10 см^3 раствора аммония надсернокислого и 10 см^3 в растворе гидроксида натрия

раствора диметилглиоксима, затем разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 10—20 мин измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 2.3.1.

Массу никеля определяют по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ помещают соответственно 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0 и 10 $см^3$ стандартного раствора Б или В и далее продолжают анализ, как описано выше. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям растворов строят график.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ
(при массовой доле никеля от 0,002 до 0,4 % и от 0,0005 до 0,004 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий никеля при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. При содержании никеля до 0,004 % предварительно проводят концентрирование экстракцией хлороформом комплекса никеля с диметилглиоксимом.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, включающий лампу с никелевым полым катодом, горелки для пламени и распылительную систему.

Ацетилен по ГОСТ 5457 или пропан-бутан по ГОСТ 20448.

Компрессор воздушный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 3:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Медь, стандартный образец для спектрального анализа № 312, содержащий $2 \cdot 10^{-4}$ % никеля или электролитная медь с установленным содержанием никеля, раствор меди 100 $г/дм^3$. 10 г стандартного образца меди помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при нагревании в 70 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор упаривают для удаления основной массы кислоты, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

10 $см^3$ раствора меди содержат 2 мкг никеля.

Никель по ГОСТ 849.

Растворы никеля стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г никеля растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 3:2, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг никеля.

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

1 $см^3$ раствора содержит 0,01 мг никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску меди массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют при нагревании в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Если после растворения меди остается нерастворимый осадок черного цвета, к раствору приливают 1—2 $см^3$ соляной кислоты и раствор упаривают до влажных солей. Содержимое колбы охлаждают, прибавляют 10 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Полученный раствор меди распыляют в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию в пламени при длине волны 323,0 или 232,0 нм.

Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми реактивами. Величину оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из величины оптической плотности анализируемого раствора.

Массу никеля в растворе определяют по градуировочным графикам.

Допускается для определения массовой доли никеля использовать метод добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 5).

3.3.2. Построение градуировочных графиков

3.3.2.1. *Построение градуировочного графика при массовой доле никеля от 0,002 до 0,05 %*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают 0, 1, 2, 5, 8, 10, 20 и 50 см³ стандартного раствора Б, по 10 см³ раствора меди, доливают водой до метки и перемешивают, измеряют поглощение при длине волны 232,0 нм.

Полученные растворы содержат 2, 12, 22, 52, 82, 102, 202 и 502 мкг никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 5).

3.3.2.2. *Построение градуировочного графика при массовой доле никеля от 0,05 до 0,4 %*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 2, 5, 10, 20 и 40 см³ раствора А, что соответствует 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 мг никеля, раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют поглощение при длине волны 323,3 нм.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям никеля строят градуировочные графики.

(Измененная редакция, Изм. № 5)

3.4. При определении никеля с массовой долей от 0,0005 до 0,004 % растворение навески, выделение никеля, экстракцию и реэкстракцию проводят в соответствии с п. 2.3.1 или 2.3.1а.

Реэкстракты помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Измеряют поглощение линии никеля при длине волны 232 нм одновременно с растворами контрольного опыта и растворами для построения градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью 250 см³ помещают по 1,0 г меди стандартного образца и далее продолжают растворение, как указано в п. 2.3.1. Затем в пять из шести стаканов помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора Б и далее продолжают анализ, как указано в п. 2.3.1 или 2.3.1а.

Измеряют поглощение линии никеля при длине волны 232,0 нм и по полученным данным строят градуировочный график.

Допускается определение в анализируемом растворе цинка (от 0,0005 до 0,006 %), железа (от 0,01 до 0,06 %), свинца (от 0,005 до 0,06 %) и кобальта (от 0,005 до 0,06 %).

Допускается использование электролита после выделения меди по ГОСТ 13938.1. Для этого часть электролита (в зависимости от массовой доли никеля) помещают в стакан (или колбу) вместимостью 100 см³ и распыляют раствор в пламени ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух при длинах волн 232,0; 352,4 нм в зависимости от концентрации никеля в анализируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю никеля (X) в процентах при фотометрическом определении вычисляют по формулам:

при массовой доле никеля от 0,0005 до 0,05 %

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m — масса навески меди, г;

m_1 — масса никеля, найденная по градуировочному графику, мкг;

при массовой доле никеля от 0,05 до 0,4 %

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10000},$$

где m — масса навески меди, г;

m_1 — масса никеля, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³.

4.2. Массовую долю никеля (X) в процентах при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

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

m — масса навески меди, г.

4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений и двух анализов не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение результатов, %	
	параллельных определений	анализов
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 до 0,0030 »	0,0004	0,0005
» 0,003 » 0,010 »	0,001	0,002
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,003
» 0,030 » 0,100 »	0,004	0,006
» 0,100 » 0,30 »	0,01	0,02
» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4. При разногласиях в оценке массовой доли никеля применяют фотометрический метод.
(Измененная редакция, Изм. № 4,5).

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**
   РАЗРАБОТЧИКИ
   Г.П. Гиганов, Е.М. Феднева, А.А. Бляхман, Е.Д. Шувалова, А.Н. Савельева
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24.01.78 № 155**
3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13938.6—68**
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 83—79	2.2	ГОСТ 5817—77	2.2
ГОСТ 199—78	2.2	ГОСТ 5828—77	2.2
ГОСТ 849—97	2.2; 3.2	ГОСТ 5845—79	2.2
ГОСТ 859—78	Вводная часть; 2.2	ГОСТ 6709—72	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 13938.1—78	1; 2.4.4; 3.4
ГОСТ 4109—79	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 4159—79	2.2	ГОСТ 20015—88	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 20448—90	3.2
ГОСТ 4328—77	2.2	ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2	ГОСТ 27068—86	2.2
ГОСТ 4465—74	2.2		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**
6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, 5, утвержденными в марте 1979 г., апреле 1983 г., июне 1985 г., апреле 1988 г., ноябре 1990 г. (ИУС 5—79, 7—83, 8—85, 7—88, 2—91)**

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *С.И.Фирсова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.11.99. Подписано в печать 09.01.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,90.
Тираж 146 экз. С 4146. Зак. 5.

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

gost.e-ecolog.ru