МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# НИКЕЛЬ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24:546.621.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# НИКЕЛЬ

## Методы определения алюминия

Nickel.
Methods for the determination of aluminium

ГОСТ
13047.16—81*
Взамен
ГОСТ 13047.16—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен с 01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения алюминия при массовой доле его в никеле от 0,0005 до 0,2 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2242—80.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2. МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ ЭЛЕКТРОЛИЗА НА РТУТНОМ КАТОДЕ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте, отделении мешающих элементов от алюминия электролизом на ртутном катоде, образовании соединения алюминия с эриохромцианином R и последующем измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 535 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электролизер с ртутным катодом.

pH-метр.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы 1:1, 1:5 и 1:99.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы 1:1 и 1 М.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 100 г/дм$^3$.

Железо (III) хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 0,25 г/дм$^3$: 0,125 г хлористого железа растворяют в 25 см$^3$ раствора соляной кислоты 1:1 и разбавляют водой до 500 см$^3$.

Кислота тиогликолевая, раствор 8 г/дм$^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 40 г/дм$^3$.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Эриохромцианин R, раствор 0,7 г/дм$^3$:0,7 г эриохромцианина R растворяют в 2 см$^3$ раствора азотной кислоты при постоянном перемешивании и после 2 мин добавляют 70 см$^3$ воды, 0,3 г

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★* *Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86).*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

мочевины, перемешивают и выдерживают 24 ч в темном месте. Затем раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор сохраняют в склянке из темного стекла.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, плотностью 1,05 г/$см^3$ (ледяная).

Буферный раствор (pH 6±0,1):46 г уксуснокислого аммония и 18 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 $см^3$ воды и устанавливают pH раствора на pH-метре, добавляя раствор гидроокиси натрия или уксусной кислоты.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор 2 г/$дм^3$.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,2000 г алюминия растворяют в 20 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1 и для ускорения растворения можно прибавить каплю ртути или 1 $см^3$ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,2 мг алюминия.

Раствор Б: 25 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Растворы А и Б хранят в полиэтиленовых сосудах.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. В зависимости от ожидаемого содержания алюминия навеску никеля массой 0,5 или 1 г в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$ и растворяют в 10 или 15 $см^3$ раствора азотной кислоты.

Таблица 1

| Массовая доля алюминия, % | Масса навески никеля, г | Объем аликвотной части анализируемого раствора, $см^3$ |
|---|---|---|
| От 0,0005 до 0,005 | 1 | Весь раствор |
| Св. 0,005 » 0,05 | 1 | 10 |
| » 0,05 » 0,1 | 0,5 | 10 |
| » 0,1 » 0,2 | 0,5 | 5 |

После растворения прибавляют 3 или 6 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1 и выпаривают до обильного выделения белых паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, стенки ополаскивают 3—5 $см^3$ воды и вновь нагревают до выделения белых паров. Остаток охлаждают, прибавляют 5 $см^3$ раствора серной кислоты 1:5, 50 $см^3$ горячей воды и нагревают до растворения солей. При необходимости раствор отфильтровывают через фильтр средней плотности и фильтр промывают горячей водой. Раствор охлаждают, переносят в колбу электролизера с ртутным катодом и раствор разбавляют водой до 100 $см^3$.

Электролиз проводят при силе тока 4—5 А, плотности тока 0,15 А/$см^3$, напряжении 5—6 В. После обесцвечивания раствора продолжают электролиз еще 15 мин, затем раствор переносят в стакан вместимостью 350 $см^3$, ртуть промывают водой и промывные растворы объединяют с основным электролитом. В электролит прибавляют 5 $см^3$ раствора надсернокислого аммония и нагревают до 70—80 °С. При выпадении двуокиси марганца осадок фильтруют на фильтр средней плотности и промывают четыре раза раствором серной кислоты 1:99. Осадок отбрасывают, фильтрат выпаривают до 70—80 $см^3$, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. При массовой доле алюминия в никеле до 0,005 % выпаривают раствор до объема 5—10 $см^3$. Весь раствор или аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до 25 $см^3$, прибавляют 1 $см^3$ раствора хлорного железа, 10 $см^3$ раствора тиогликолевой кислоты и по каплям раствор гидроокиси натрия до появления фиолетовой окраски. Затем добавляют по каплям 1 М раствор соляной кислоты до исчезновения окраски и в избыток 2 $см^3$, далее добавляют 10 $см^3$ раствора эриохромцианина R, через

5 мин 30 см³ буферного раствора и перемешивают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 535 нм.

Раствором сравнения служит объединенный раствор контрольного опыта. Массу алюминия находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи стаканов вместимостью по 100 см³ отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг алюминия. Во все стаканы наливают воды до объема 25 см³, прибавляют по 1 см³ раствора хлорного железа, по 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты и по каплям раствор гидроокиси натрия до появления фиолетовой окраски и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий алюминий.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массовым концентрациям алюминия строят градуировочный график.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю алюминия ($X$) в процентах вычисляют по формуле

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

где $m$ — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$ — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля алюминия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| От 0,0005 до 0,0008 | 0,0002 |
| Св. 0,0008 » 0,003 | 0,0004 |
| » 0,003 » 0,005 | 0,0008 |
| » 0,005 » 0,01 | 0,0015 |
| » 0,01 » 0,03 | 0,003 |
| » 0,03 » 0,05 | 0,005 |
| » 0,05 » 0,10 | 0,010 |
| » 0,10 » 0,20 | 0,015 |

## 3. МЕТОД ФЛОТАЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в азотной кислоте, отделении алюминия от никеля флотацией в виде соединения с эриохромцианином R и последующем измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 535 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

pH-метр.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84 и раствор 1:1.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и 0,2 М раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный, разбавленный 1:5.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная.

Эриохромцианин R, раствор 0,75 г/дм³: 0,375 г реактива помещают в кварцевый стакан, добавляют 12,5 г хлористого натрия, 12,5 г азотнокислого натрия, 1 см³ азотной кислоты, около

200 см³ воды, перемешивают и на следующий день фильтруют через фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 500 см³. Раствор пригоден к применению в течение двух недель.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее СССР X изд., раствор 25 г/дм³, свежеприготовленный.

Раствор ацетатный буферный с pH 6,0: 200 г уксуснокислого натрия растворяют в 1000 см³ воды и прибавляют 4 см³ уксусной кислоты.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,25 М раствор (93,1 г трилона Б растворяют в 1000 см³ воды).

Бензол по ГОСТ 5955—75, перегнанный.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1 г металлического алюминия растворяют в 10 см³ соляной кислоты при слабом нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем до метки водой, перемешивают и переводят в сухой полиэтиленовый сосуд.

1 см³ раствора содержит 0,2 мг алюминия.

Раствор Б: готовят в день применения разбавлением раствора А. 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 1 см³ соляной кислоты, доводят объем до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,002 мг алюминия.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску металлического никеля массой, выбранной в соответствии с табл. 3, помещают в кварцевый стакан вместимостью 400 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты 1:1, растворяют при медленном нагревании до полного растворения навески и выпаривают досуха. Сухой остаток обрабатывают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают раствор досуха. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и повторяют дважды операцию выпаривания с соляной кислотой. Остаток охлаждают, приливают 30—40 см³ воды и кипятят для растворения солей. Если после кипячения раствор остается мутным, к нему добавляют 5—10 капель соляной кислоты.

Таблица 3

| Массовая доля алюминия, % | Масса навески никеля, г | Объем мерной колбы, см³ | Объем аликвотной части раствора, см³ |
|---|---|---|---|
| От 0,0005 до 0,0008 | 1 | — | Весь раствор |
| Св. 0,0008 » 0,0018 | 0,5 | — | То же |
| » 0,0018 » 0,0028 | 1 | 100 | 25 |
| » 0,0028 » 0,01 | 1 | 100 | 10 |
| » 0,01 » 0,03 | 0,5 | 250 | 10 |
| » 0,03 » 0,07 | 0,2 | 250 | 10 |
| » 0,07 » 0,15 | 0,2 | 250 | 5 |
| » 0,15 » 0,20 | 0,2 | 500 | 5 |

В соответствии с табл. 3 раствор используют полностью или переносят в мерную колбу, доводят объем до метки колбы водой и отбирают аликвотную часть в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты, точно 30 см³ раствора трилона Б (при энергичном перемешивании), 5 см³ раствора эриохромцианина R и раствор аммиака до pH 5,5, затем прибавляют 10 см³ буферного раствора и устанавливают pH 6,0±0,1 (контроль по pH-метру) с помощью раствора аммиака. Полученный раствор переводят в делительную воронку, приливают 15 см³ бензола и встряхивают воронку в течение 1 мин. После расслоения фаз водный слой сливают во вторую делительную воронку, прибавляют к нему 15 см³ бензола и повторно проводят флотацию. Водный слой отбрасывают, к органической фазе приливают 2 см³ 0,2 М раствора соляной кислоты, встряхивают делительную воронку так, чтобы растворить осадок алюминия и сливают кислоту в первую делительную воронку. Осадок алюминия растворяют при встряхивании, водный слой сливают в чистый стакан вместимостью 50 см³ и рефлотацию повторяют 2 см³ 0,2 М раствора соляной кислоты. Бензольный слой дважды промывают 2—3 см³ воды, которую сливают в тот же стакан.

В стакан с растворенным алюминием добавляют 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 2 см³

раствора эриохромцианина R, 10 см$^3$ буферного раствора и на pH-метре устанавливают pH 6,0±0,1 с помощью раствора аммиака или 0,2 М раствора соляной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, доводят объем до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 535 нм.

В качестве раствора сравнения используют воду.

Одновременно с пробой через весь ход анализа ведут контрольный опыт на загрязнение реактивов алюминием. Результат контрольного опыта учитывают при расчетах.

Комплекс устойчив в течение 30 мин. Содержание алюминия находят по градуировочному графику.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В стаканы вместимостью по 50 см$^3$ приливают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 5,0 см$^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,001; 0,002; 0,004; 0,008 и 0,010 мг алюминия, приливают воду до 10 см$^3$, затем добавляют 1 см$^3$ аскорбиновой кислоты, 5 см$^3$ эриохромцианина R, 15 см$^3$ буферного раствора, устанавливают pH 6,0±0,1 и флотируют, как указано в п. 3.3.1.

Примечание. Градуировочные графики, проведенные через стадию флотации и без флотации (с добавлением аскорбиновой кислоты), совпадают.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю алюминия ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где $m_1$ — масса алюминия в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г;

$m_2$ — масса алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

$m$ — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 27.07.99. Подписано в печать 18.08.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 132 экз. С 3517. Зак. 671.

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

gost.e-ecolog.ru