ГОСТ 13047.14—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24:546.72.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

Методы определения железа

Nickel.
Methods for the determination of iron

ОКСТУ 1709

ГОСТ
13047.14—81*

Взамен
ГОСТ 13047.14—67

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 фотометрический метод определения железа при массовой доле его в никеле от 0,0005 до 0,4 % и атомно-абсорбционный метод при массовой доле от 0,0008 до 0,4 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте или в смеси азотной и фтористоводородной кислот, или в смеси кислот азотной и соляной, выделении железа осаждением с гидроокисью алюминия или отделении железа экстракцией метилизобутилкетоном из 7 М раствора соляной кислоты, образовании окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и растворы 1:1, 1:2 и 7 М.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор 400 г/дм^3.

Смесь соляной и азотной кислот 3:1, свежеприготовленная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и раствор 1:100.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74 с массовой долей железа менее 0,0002 %.

Калий-алюминий сернокислый по ГОСТ 4329—77.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

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

Раствор алюминия: 1,0 г алюминия растворяют в 20 см^3 соляной кислоты. Для ускорения растворения прибавляют или одну каплю ртути, или 1 см^3 раствора хлористого никеля. При

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

использовании сернокислого калия-алюминия растворяют 20 г сернокислого калия-алюминия в воде с прибавлением 15 см^3 соляной кислоты. Раствор разбавляют водой до 1000 см^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор 300 г/дм^3.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный.

1,10 фенантролин гидрохлорид, раствор: 1,5 г 1,10-фенантролина гидрохлорида растворяют при нагревании в воде с несколькими каплями соляной кислоты. Затем раствор охлаждают, разбавляют водой до объема 1000 см^3 и хранят в темном сосуде.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Буферный раствор pH 4,5: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см^3 воды, прибавляют 240 см^3 уксусной кислоты, раствор фильтруют, добавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Смесь реакционная, свежеприготовленная: смешивают один объем раствора солянокислого гидроксиламина с одним объемом раствора 1,10-фенантролина гидрохлорида и с тремя объемами буферного раствора.

Метилизобутилкетон.

Железа окись по ТУ 6—09—5346—87, предварительно прокаленная при 500 °С в течение 30 мин и охлажденная в эксикаторе.

Железо металлическое порошок по ГОСТ 9849—86.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,1430 г окиси железа или 0,1000 г железа растворяют в 30 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 с добавлением нескольких капель раствора перекиси водорода. Раствор кипятят до удаления избытка перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 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 железа.

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

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску никеля массой 7 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3 и прибавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты 1:2. В течение 2—3 мин несколько раз перемешивают, затем раствор соляной кислоты сливают, стружки промывают несколько раз водой и высушивают при 110 °С в сушильном шкафу.

2.3.1.1. При массовой доле кремния в никеле до 0,05 % навеску очищенного никеля массой в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 20 см^3 или в 30 см^3 (при массе навески 2 г) раствора азотной кислоты.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески никеля, г	Объем мерной колбы, см^3	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,0005 до 0,005	2	50	Весь
Св. 0,005 » 0,02	1	50	»
» 0,02 » 0,04	1	100	»
» 0,04 » 0,1	1	100	25
» 0,1 » 0,4	1	100	10

После удаления окислов азота кипячением раствор разбавляют водой до 150 см^3, добавляют 10 см^3 раствора алюминия и 2,0 г хлористого аммония. Раствор нагревают до 70 °С и прибавляют аммиак до образования растворимого синего комплекса никеля. Раствор с осадком выдерживают 30 мин на водяной бане при 70 °С. Затем раствор фильтруют через фильтр средней плотности и фильтр с осадком промывают горячим раствором аммиака. Осадок с фильтра смывают горячим раствором соляной кислоты 1:2 с добавкой пяти капель перекиси водорода в стакан, где проводилось осаждение, фильтр промывают горячей водой до удаления кислоты. Раствор кипятят 2—3 мин, затем разбавляют до 150 см^3 водой и повторяют осаждение и фильтрование. Осадок растворяют на фильтре в присутствии раствора перекиси водорода, фильтр промывают горячей водой, раствор собирают в

стакан и после удаления перекиси водорода кипячением переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. При массовой доле железа свыше 0,04 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1.

При массовой доле железа до 0,04 % выпаривают раствор на водяной бане до 1—2 см^3, после охлаждения переносят его в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см^3 в соответствии с табл. 1.

Раствор или аликвотную часть раствора никеля разбавляют водой до 20 см^3 (в мерной колбе вместимостью 50 см^3) или 50 см^3, прибавляют 25 см^3 реакционной смеси, доливают до метки водой и перемешивают. По истечении не менее 1 ч измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм.

Раствором сравнения служит объединенный раствор контрольных опытов.

Массу железа находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.1.2. При массовой доле кремния в никеле свыше 0,05 %, навеску никеля массой 1 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты и 5 см^3 раствора фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты и выпаривают до белых паров. Остаток охлаждают и растворяют в 30—40 см^3 горячей воды. Раствор переносят в стакан вместимостью 250 см^3, разбавляют до 150 см^3 водой и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.1.1.

2.3.1.3. При выделении железа экстракцией массу навески пробы согласно табл. 1 помещают в стакан вместимостью 150 см^3 и растворяют в 10 или 20 см^3 смеси кислот. Затем раствор выпаривают на водяной бане до влажных солей, охлаждают, добавляют 15 см^3 7 М раствора соляной кислоты и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3. Стакан ополаскивают 7 М раствором соляной кислоты, той же кислотой разбавляют раствор в делительной воронке до 40 см^3 и экстрагируют двумя порциями по 10 см^3 метилизобутилкетона в течение 2 мин. После расслоения фаз водный слой отбрасывают и органический слой промывают 25 см^3 7 М раствора соляной кислоты в течение 30 с. Водную фазу отбрасывают и железо реэкстрагируют 15 см^3 воды в течение 30 с. Водный слой помещают в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см^3 в зависимости от массовой доли железа (табл. 1). Реэкстрацию повторяют в 8 см^3 воды и реэкстракты объединяют в соответствующей мерной колбе. Затем добавляют 25 см^3 реакционной смеси или при массовой доле железа свыше 0,04 % добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 доливают до метки водой и перемешивают. Далее отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 аликвотную часть раствора (табл. 1) и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.1.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. Построение градуировочного графика проводят следующим образом:

2.3.2.1. При выделении железа осаждением в девять из десяти стаканов вместимостью по 250 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 стандартного раствора Б и 3,0 и 4,0 см^3 стандартного раствора А, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20; 0,30 и 0,40 мг железа, разбавляют водой до объема 150 см^3, во все стаканы добавляют по 10 см^3 раствора алюминия и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.1.

2.3.2.2. При выделении железа экстракцией в девять из десяти стаканов вместимостью по 250 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 стандартного раствора Б и 3,0 и 4,0 см^3 стандартного раствора А, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20; 0,30 и 0,40 мг железа, разбавляют водой до 150 см^3. Во все стаканы добавляют по 10 см^3 смеси кислот и выпаривают на водяной бане до влажных солей, добавляют 15 см^3 7 М раствора соляной кислоты и переносят в делительные воронки вместимостью по 150 см^3 и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.3 и затем по п. 2.3.1.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железо.

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

2.3.2.1, 2.3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — масса железа в анализируемом растворе, 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 железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,0015	0,0003
Св. 0,0015 » 0,003	0,0008
» 0,003 » 0,008	0,0012
» 0,008 » 0,02	0,003
» 0,02 » 0,05	0,008
» 0,05 » 0,15	0,02
» 0,15 » 0,4	0,03

3. МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте или в смеси азотной и фтористоводородной кислот, или в смеси кислот азотной и соляной, выделении железа осаждением с гидроокисью алюминия или отделении железа экстракцией метилизобутилкетоном из 7 М раствора соляной кислоты и измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источник излучения для железа.

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

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 и растворы 1:1, 1:2 и 7 М.

Кислота хлорная плотностью 1,50 г/см^3, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор 400 г/дм^3.

Смесь кислот соляной и азотной 3:1, свежеприготовленная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и раствор 1:100.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74 с массовой долей железа не менее 0,0002 %.

Калий-алюминий сернокислый по ГОСТ 4329—77.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

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

Раствор алюминия: 1,0 г алюминия растворяют в 20 см^3 соляной кислоты. Для ускорения растворения прибавляют или каплю ртути, или 1 см^3 раствора хлористого никеля. При использовании сернокислого калий-алюминия растворяют 20 г сернокислого калий-алюминий в воде с прибавлением 15 см^3 соляной кислоты. Раствор разбавляют водой до 1000 см^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор 300 г/дм^3.

Метилизобутилкетон.

Железа окись по ТУ 6—09—5346—87, предварительно прокаленная при 500 °С в течение 30 мин и охлажденная в эксикаторе.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722—97 с массовой долей железа менее 0,001 %.

Раствор никеля: 25,0 г никеля растворяют в 200 см^3 раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Железо металлическое порошок по ГОСТ 9849—86.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,1430 г окиси железа или 0,1000 г железа растворяют в 30 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 с добавлением нескольких капель раствора перекиси водорода. Раствор кипятят до удаления избытка перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 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 железа.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. При массовой доле железа в никеле до 0,01 % и кремния до 0,05 % навеску никеля, очищенную в соответствии с п. 2.3.1, массой, установленной в зависимости от массовой доли железа, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в растворе азотной кислоты согласно табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Масса навески никеля, г	Объем раствора азотной кислоты для растворения, см^3
От 0,0008 до 0,003	3	30
Св. 0,003 » 0,005	2	20
» 0,005 » 0,01	1	10

После удаления окислов азота кипячением раствор разбавляют до 150 см^3, добавляют 10 см^3 раствора алюминия и проводят осаждение, как указано в п. 2.3.1.1. После растворения осадка в растворе соляной кислоты 1:1 с добавкой нескольких капель раствора перекиси водорода и промывки фильтра горячей водой раствор выпаривают на водяной бане до объема 10 см^3, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Атомную абсорбцию железа измеряют в анализируемом растворе в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и растворами контрольного опыта.

Концентрацию железа находят по градуировочному графику.

Для определения концентрации железа допускается использовать метод добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. При массовой доле железа в никеле свыше 0,01 % и кремния до 0,05 % навеску никеля массой 0,5 г растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты и кипячением удаляют окислы азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Атомную абсорбцию железа измеряют, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. При массовой доле железа в пробе свыше 0,01 % и кремния свыше 0,05 % навеску никеля массой 0,5 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты и 5 см^3 раствора фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см^3 раствора хлорной кислоты и выпаривают до белых паров хлорной кислоты. Остаток охлаждают, прибавляют 20 см^3 воды и после растворения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. При массовой доле железа до 0,01 % навеску никеля массой в соответствии с табл. 3 помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 30, 20 или 10 см^3 смеси кислот. Раствор выпаривают на водяной бане до влажных солей, охлаждают, прибавляют 15 см^3 7 н. раствора соляной кислоты и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.2.2. Объединенные реэкстракты переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты 1:1, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 3.3.1.

3.3.5. *Построение градуировочного графика при массовой доле железа до 0,01 %*

В семь стаканов вместимостью 250 см^3 отбирают: 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг железа, разбавляют водой до объема 150 см^3, во все стаканы добавляют 10 см^3 раствора алюминия и проводят осаждение, как указано в п. 3.3. Атомную абсорбцию железа измеряют в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм перед и после измерения абсорбции растворов никеля.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям железа строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего железа.

3.3.6. В девять мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 1,0 и 2,0 мг железа, во все колбы добавляют по 10 см^3 раствора никеля и 5 см^3 раствора хлорной кислоты (при содержании кремния в пробе), доливают до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию железа в растворах градуировочного графика измеряют в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм непосредственно до и после измерения абсорбции железа в анализируемых растворах.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям железа строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора никеля, в который не вводили стандартный раствор железа.

3.3.5, 3.3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2)}{m} \cdot V \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация железа в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем фотометрируемого раствора, см^3;

m — масса навески никеля, 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 *Н.С. Гришанова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 27.07.99. Подписано в печать 24.08.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. .0,73
Тираж 132 экз. С 3541. Зак. 689.

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