

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»): «Иод металлический по ГОСТ 4159—79, спиртовой раствор 10 г/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор 200 г/дм³».

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 см³ воды и переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³. К раствору в колбе приливают при помешивании 5 см³ раствора винно-кислого калия-натрия, 5 см³ раствора гидроксида натрия, 5 см³ раствора надсерно-кислого аммония и 5 см³ 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)

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)

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	<i>d</i>	<i>D</i>
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 282,1 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 0,1·10⁻³ 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, см ³	Аликвотная часть, см ³
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 азотно-кислого 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.)