

СУРЬМА

Методы определения никеля

Antimony. Methods for the determination of nickel

ГОСТ
1367.6—83Взамен
ГОСТ 1367.6—76

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря
1983 г. № 6013 срок действия установлен

с 01.01.85
до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения никеля от 0,005 до 0,05 % в сурьме марок Су00 и Су0 по ГОСТ 1089—82.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании в щелочной среде окрашенного комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя — брома. До 0,2 г сурьмы определению не мешает, поэтому отделение никеля не проводится.

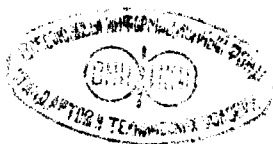
2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50, 100 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100 см³ и 1 дм³.

Пипетки с делениями по ГОСТ 20292—74 вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.



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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 25 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

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

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода бромная: 5 г брома помещают в склянку с притертой пробкой вместимостью 200—300 см³, приливают 100 см³ воды и энергично встряхивают склянку, изредка приоткрывая пробку, чтобы выпустить скопившиеся пары брома.

Спирт этиловый регенерированный по ГОСТ 4448—71.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1 %-ный спиртовой раствор.

Никель металлический по ГОСТ 492—73.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 0,1 г металлического никеля помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты и 2 см³ азотной кислоты. Содержимое стакана нагревают и выпаривают почти досуха. Затем приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют два раза. После охлаждения сухой остаток смачивают 5 см³ соляной кислоты, приливают примерно 20 см³ воды, нагревают, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг никеля.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску сурьмы массой 0,2 г марок Су00, Су0 или массой 0,1 г марки Су2 помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании и непрерывном перемешивании в 5 см³ соляной кислоты с добавлением по каплям перекиси водорода. После растворения навески содержимое колб выпаривают до влажных солей, приливают 5 см³ раствора винной кислоты, 10 см³ воды и кипятят в течение 1 мин.

К раствору добавляют бромную воду до появления исчезающего желтого окрашивания, нейтрализуют аммиаком (1:1) до щелочной реакции по лакмусу и приливают 1 см³ аммиака в избыток. Затем добавляют воды примерно 10—20 см³, 1 см³ раствора диметилглиоксима, 2 см³ бромной воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливая водой до метки. После добавления каждого реактива раствор перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 550 нм в кювете длиной 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массу никеля в растворе пробы устанавливают по градуировочному графику.

2.2.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 50—100 см³ приливают последовательно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 и 0,06 мг никеля. Затем добавляют в каждый стакан 5 см³ раствора винной кислоты, примерно 10 см³ воды, приливают бромную воду до желтого окрашивания, нейтрализуют аммиаком (1:1) до щелочной реакции по лакмусу, добавляя его в избыток 1 см³, и далее поступают как указано в п. 2.2.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым долям никеля строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} ,$$

где m_1 — масса никеля в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса навески сурьмы, г.

2.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения большего и меньшего из двух результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должны превышать величин допускаемых расхождений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01 включ.	0,0015
Св. 0,01 » 0,02 »	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,004

2.3.3. Метод применяется при разногласиях в оценке качества сурьмы.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении атомного поглощения никеля при введении растворов проб и растворов сравнения в пламя пропан—бутан—воздух или ацетилен—воздух.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный Перкин-Элмер 503 или другой аналогичный атомно-абсорбционный спектрофотометр. Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448—75.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50, 100 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 25, 50 см³, 1 дм³.

Пипетки с делениями по ГОСТ 20292—74 вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 25 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Никель металлический по ГОСТ 492—73.

Стандартный раствор никеля: 0,1 г металлического никеля помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, 2 см³ азотной кислоты. Содержимое стакана нагревают и выпаривают почти досуха. Затем приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют два раза. После охлаждения сухой остаток смачивают 5 см³ соляной кислоты, приливают примерно 20 см³ воды, нагревают, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг никеля.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску сурьмы массой 0,5 г марок Су00, Су0 или массой 0,1 г марки Су2 помещают в стакан вместимостью 50—100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты и по каплям, перемешивая, добавляют перекись водорода. После растворения навески приливают 5 см³ винной кислоты, 5—10 см³ воды и нагревают до кипения. Раствор кипятят, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор сурьмы распыляют в пламя и измеряют абсорбцию при длине волны 232,1 нм.

Одновременно проводят два контрольных опыта со всеми применяемыми реактивами. Усредненную величину абсорбции раст-

вора контрольного опыта вычитают из величины абсорбции раствора анализируемой пробы. Массу никеля в растворе анализируемой пробы определяют по градуировочному графику.

3.2.2. Построение градуировочного графика

В стакан вместимостью 50—100 см³ помещают по 0,5 г сурьмы марки Су0000, приливают по 5 см³ соляной кислоты и растворяют сурьму при нагревании с добавлением по каплям перекиси водорода. После растворения сурьмы добавляют 0,2; 0,4; 0,6 и 0,8 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 мг никеля. Затем приливают в каждый стакан по 5 см³ винной кислоты, 5—10 см³ воды. Растворы кипятят, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Концентрация никеля в растворах сравнения соответственно равна 0,8; 1,6; 2,4; 3,2 мг/дм³.

Растворы сравнения распыляют в пламя в порядке возрастания содержания никеля. Измерение аналитического сигнала A для каждого раствора сравнения и раствора пробы проводят по три раза и вычисляют соответствующие средние арифметические значения $\bar{A} = \frac{1}{3} (A_1 + A_2 + A_3)$ для каждого раствора. По средним значениям \bar{A} для растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрацию никеля в мг/дм³, а по оси ординат — абсорбцию.

3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{c \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где c — концентрация никеля в растворе пробы, найденная по градуировочному графику и по среднему значению \bar{A} , полученному для раствора пробы, мг/дм³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески сурьмы, г.

3.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения большего и меньшего из двух результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать величин, приведенных в табл. 2.

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01 включ.	0,002
Св. 0,01 » 0,02 »	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,005

Изменение № 1 ГОСТ 1367.6—83 Сурьма. Методы определения никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.03.89 № 624

Дата введения 01.01.90

Вводная часть. Исключить слова: «по ГОСТ 1089—82».

(Продолжение см. с. 84)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1367.6—83)

Пункт 2.1. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %», «30%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %», «1%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %», «Спирт этиловый регенерированный по ГОСТ 4448—71» на «Спирт этиловый пищевой по ГОСТ 5963—67».

(Продолжение см. с. 85)

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции: «2.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,0050 до 0,010 включ.	0,0015	0,002
Св. 0,010 » 0,20 »	0,002	0,003
» 0,020 » 0,050 »	0,004	0,005

Пункт 3.1. Заменить слова и ссылку: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %», «30%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»; ГОСТ 20448—75 на ГОСТ 20448—80.

(Продолжение см. с. 86)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1367.6—83)

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,005	0,006

(ИУС № 6 1989 г.)