

ГОСТ 9853.22—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ



ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Методы определения никеля

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
М и н с к

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика Республика Беларусь Республика Казахстан Российская Федерация Туркменистан Украина	Азгосстандарт Госстандарт Беларуси Госстандарт Республики Казахстан Госстандарт России Главная государственная инспекция Туркменистана Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.22—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ**Методы определения никеля**

Sponge titanium. Methods for determination of nickel

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический (при массовой доле никеля от 0,005 % до 0,15 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле никеля от 0,001 % до 0,01 %) методы определения никеля в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Экстракционно-фотометрический метод основан на образовании комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в аммиачной среде, экстракции его хлороформом и последующем измерении оптической плотности экстракта при длине волны 360 нм.

Атомно-абсорбционный метод основан на измерении атомной абсорбции никеля при длине волны 232,0 нм в электротермическом режиме атомизации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5828—77 Диметилглиоксим. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю никеля определяют по двум навескам.

3.4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов двух измерений.

4 Экстракционно-фотометрический метод

4.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2, или аналогичный прибор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, $\rho = 1,40$ г/см³, разбавленная 1:1.

Аммония тартрат (аммоний виннокислый) по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой концентрации 250 г/дм³.

Этанол (спирт этиловый) ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм³.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Индикаторная бумага лакмусовая по действующему нормативному документу.

Никель марки Н22 по ГОСТ 849.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 0,2 г никеля растворяют в 15 см³ раствора соляной кислоты и 5 см³ раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании, выпаривают досуха, затем прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Выпаривание повторяют еще раз при добавлении раствора соляной кислоты. Затем прибавляют 100 см³ раствора соляной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор годен к применению в течение 3 мес.

1 см³ раствора А содержит 0,0002 г никеля.

Раствор Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г никеля.

4.2 Порядок проведения измерений

4.2.1 Навеску пробы массой 1,0 г (при массовой доле никеля от 0,005 % до 0,05 %) и массой 0,5 г (при массовой доле никеля свыше 0,05 % до 0,15 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ раствора серной кислоты и растворяют при нагревании. После полного растворения добавляют по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора и упаривают до появления паров серного ангидрида. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5—10 см³ помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 10 см³ раствора тартрата аммония, разбавляют водой до 80 см³, нейтрализуют раствором аммиака по лакмусовой бумаге до получения слабощелочной реакции. Раствор охлаждают, переносят в делительную воронку, прибавляют 3 см³ раствора диметилглиоксима, вводят 6 см³ хлороформа (приливают из бюретки) и встряхивают в течение 2 мин.

Раствор оставляют для расслаивания на 1—2 мин, затем хлороформный экстракт отделяют в сухую пробирку с притертой пробкой. Повторную экстракцию проводят в течение 1 мин, добавляя 5 см³ хлороформа. Экстракты объединяют, фильтруют через сухой бумажный фильтр и измеряют оптическую плотность при длине волны 360 нм толщиной поглощающего слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит хлороформный экстракт контрольного опыта.

Массу никеля в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

4.2.2 Для построения градуировочного графика в семь стаканов вместимостью 300 см³ помещают 80 см³ воды, 10 см³ раствора тартрата аммония, 2-3 капли раствора аммиака. В шесть из семи стаканов помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г никеля.

Раствор седьмого стакана является раствором контрольного опыта. Раствор из стаканов поочередно переводят в делительную воронку и далее поступают, как указано в 4.2.1.