

# НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

## Методы определения таллия в никеле

Издание официальное

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт», АО «Институт Гипроникель»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства   | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|-----------------------------------------------------|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт                                       |
| Республика Армения         | Армгосстандарт                                      |
| Республика Беларусь        | Госстандарт Республики Беларусь                     |
| Грузия                     | Грузстандарт                                        |
| Кыргызская Республика      | Кыргызстандарт                                      |
| Республика Молдова         | Молдовастандарт                                     |
| Российская Федерация       | Госстандарт России                                  |
| Республика Таджикистан     | Таджикстандарт                                      |
| Туркменистан               | Главгосслужба «Туркменстандартлары»                 |
| Республика Узбекистан      | Узгосстандарт                                       |
| Украина                    | Госстандарт Украины                                 |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 17 сентября 2002 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.22—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

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

## Содержание

|     |                                                                                         |   |
|-----|-----------------------------------------------------------------------------------------|---|
| 1   | Область применения . . . . .                                                            | 1 |
| 2   | Нормативные ссылки . . . . .                                                            | 1 |
| 3   | Общие требования и требования безопасности . . . . .                                    | 1 |
| 4   | Спектрофотометрический метод . . . . .                                                  | 1 |
| 4.1 | Метод анализа . . . . .                                                                 | 1 |
| 4.2 | Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы . . . . . | 2 |
| 4.3 | Подготовка к анализу . . . . .                                                          | 2 |
| 4.4 | Проведение анализа . . . . .                                                            | 2 |
| 4.5 | Обработка результатов анализа . . . . .                                                 | 3 |
| 4.6 | Контроль точности анализа . . . . .                                                     | 3 |
| 5   | Атомно-абсорбционный метод . . . . .                                                    | 3 |
| 5.1 | Метод анализа . . . . .                                                                 | 3 |
| 5.2 | Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы . . . . . | 3 |
| 5.3 | Подготовка к анализу . . . . .                                                          | 3 |
| 5.4 | Проведение анализа . . . . .                                                            | 4 |
| 5.5 | Обработка результатов анализа . . . . .                                                 | 4 |
| 5.6 | Контроль точности анализа . . . . .                                                     | 4 |
|     | Приложение А Библиография . . . . .                                                     | 5 |

**НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ****Методы определения таллия в никеле**

Nickel. Cobalt.  
Methods for determination of thallium in nickel

---

Дата введения 2003—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения таллия при массовой доле от 0,00005 % до 0,0010 % в первичном никеле по ГОСТ 849.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия  
ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия  
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия  
ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия  
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия  
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия  
ГОСТ 5955—75 Бензол. Технические условия  
ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия  
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия  
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия  
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия  
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия  
ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа  
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия  
ГОСТ 18337—95 Таллий. Технические условия

**3 Общие требования и требования безопасности**

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

**4 Спектрофотометрический метод****4.1 Метод анализа**

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 600 нм раствора комплексного соединения таллия с кристаллическим фиолетовым, экстрагируемого бензолом из среды фосфорной кислоты.

**4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 580—610 нм.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1 и 1:19.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или при необходимости по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:4.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 0,25 г/см<sup>3</sup>.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Бензол по ГОСТ 5955.

Кристаллический фиолетовый по [1], раствор массовой концентрации 0,002 г/см<sup>3</sup>.

Таллий по ГОСТ 18337.

Растворы таллия известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации таллия 0,0001 г/см<sup>3</sup>: в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают навеску таллия массой 0,1000 г, приливают 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют на кипящей водяной бане, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации таллия 0,00001 г/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора А, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор В массовой концентрации таллия 0,000002 г/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 20 см<sup>3</sup> раствора Б, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

**4.3 Подготовка к анализу**

Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 100 или 150 см<sup>3</sup> отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> раствора В, помещают их на кипящую водяную баню и выпаривают растворы досуха. К сухому остатку приливают 2—3 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают на кипящей водяной бане досуха. К сухому остатку приливают 25 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:4, 5 см<sup>3</sup> воды, растворяют осадок и далее поступают, как указано в 4.4.

Масса таллия в растворах для градуировочного графика составляет 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,000010 г.

По значениям светопоглощения растворов и соответствующим им массам таллия строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора таллия.

**4.4 Проведение анализа**

В стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навеску пробы массой 3,000 г при определении массовых долей таллия не более 0,0003 % и массой 1,000 г при определении массовых долей таллия свыше 0,0003 %, приливают 30—40 или 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до объема 7—10 см<sup>3</sup>, приливают 5—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, не допуская кипения, переносят стакан на кипящую водяную баню и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку приливают 5—10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают на водяной бане досуха. Обработку соляной кислотой повторяют.

К сухому остатку приливают 25 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:4, 5 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли. К раствору приливают 1 см<sup>3</sup> раствора хлорида железа (III), 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и выдерживают 40 мин.

Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, обмывают стакан 10 см<sup>3</sup> воды, приливают 0,5 см<sup>3</sup> раствора кристаллического фиолетового, 20 см<sup>3</sup> бензола и встряхивают воронку 1 мин. Через 10—15 мин водную нижнюю фазу сливают и отбрасывают, а из органической фазы сухой пипеткой отбирают аликвотную часть раствора объемом 15 см<sup>3</sup> в сухую мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доливают до метки ацетоном.

Измеряют светопоглощение раствора пробы и контрольного опыта на спектрофотометре при длине волны 600 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 580—610 нм, используя в качестве раствора сравнения смесь 15 см<sup>3</sup> бензола и 10 см<sup>3</sup> ацетона.

Массу таллия в растворе пробы находят по градуировочному графику.

**4.5 Обработка результатов анализа**

Массовую долю таллия в пробе  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(M_r - M_k)}{M} 100, \quad (1)$$

где  $M_r$  — масса таллия в растворе пробы, г;

$M_k$  — масса таллия в растворе контрольного опыта, г;

$M$  — масса навески пробы, г.

**4.6 Контроль точности анализа**

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

| Массовая доля таллия | Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений $d_2$ | Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений $d_3$ | Допускаемые расхождения двух результатов анализа $D$ | Погрешность метода анализа $\Delta$ |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-------------------------------------|
| 0,00005              | 0,00003                                                                 | 0,00004                                                                 | 0,00006                                              | 0,00004                             |
| 0,00010              | 0,00006                                                                 | 0,00007                                                                 | 0,00012                                              | 0,00008                             |
| 0,00030              | 0,00010                                                                 | 0,00012                                                                 | 0,00020                                              | 0,00015                             |
| 0,00050              | 0,00015                                                                 | 0,00018                                                                 | 0,00030                                              | 0,00020                             |
| 0,0010               | 0,0002                                                                  | 0,0003                                                                  | 0,0004                                               | 0,0003                              |

**5 Атомно-абсорбционный метод****5.1 Метод анализа**

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 276,8 нм резонансного излучения атомами таллия, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

**5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы**

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии таллия.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [2] или другие средней плотности.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1 и 1:9.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей таллия не более 0,00005 %.

Таллий по ГОСТ 18337.

Растворы таллия известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации таллия 0,0001 г/см<sup>3</sup> готовят, как указано в 4.2.

Раствор Б массовой концентрации таллия 0,00001 г/см<sup>3</sup> готовят, как указано в 4.2.

Раствор В массовой концентрации таллия 0,000001 г/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора Б, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

**5.3 Подготовка к анализу**

5.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей таллия не более 0,0003 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навески массой 1,000 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей таллия. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или

белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 5—7 см<sup>3</sup>, приливают 40—50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

В колбы отбирают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см<sup>3</sup> раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор таллия не вводят, доливают до метки водой и далее измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса таллия в растворах для градуировки составляет 0,0000005; 0,0000010; 0,0000015; 0,0000020; 0,0000030 г.

5.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей таллия свыше 0,0003 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навески массой 0,500 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей таллия. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт. Навески растворяют, как указано в 5.3.1, растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, вводят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> раствора В, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор таллия не вводят, доливают до метки водой и далее измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса таллия в растворах для градуировки составляет 0,000001; 0,000002; 0,000003; 0,000004; 0,000005 г.

#### 5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навеску пробы массой 1,000 г при определении массовых долей таллия не более 0,0003 % и массой 0,500 г при определении массовых долей таллия свыше 0,0003 %, приливают 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 7—10 см<sup>3</sup>, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают и доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 276,8 нм, ширине щели не более 1,0 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона не менее двух раз, последовательно вводя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрофотометра подбирают оптимальный объем раствора от 0,005 до 0,050 см<sup>3</sup> или оптимальное время аэрозольного распыления от 5 до 50 с. Промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный, как указано в 4.3.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки.

Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 2.

Таблица 2 — Условия работы атомизатора

| Наименование стадии | Температура, °С | Время, с |
|---------------------|-----------------|----------|
| Сушка               | 100—150         | 2—45     |
| Озоление            | 400—600         | 10—20    |
| Атомизация          | 1800—2200       | 4—5      |

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам таллия строят градуировочные графики.

По значению абсорбции раствора пробы находят массу таллия по соответствующему градуировочному графику.

#### 5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю таллия в пробе  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_x}{M} 100, \quad (2)$$

где  $M_x$  — масса таллия в растворе пробы, г;

$M$  — масса навески пробы, г.

#### 5.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

| Массовая доля таллия | Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений $d_2$ | Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений $d_3$ | Допускаемые расхождения двух результатов анализа $D$ | Погрешность метода анализа $\Delta$ |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-------------------------------------|
| 0,00005              | 0,00002                                                                 | 0,00003                                                                 | 0,00004                                              | 0,00003                             |
| 0,00010              | 0,00003                                                                 | 0,00004                                                                 | 0,00006                                              | 0,00004                             |
| 0,00030              | 0,00005                                                                 | 0,00006                                                                 | 0,00010                                              | 0,00007                             |
| 0,00050              | 0,00007                                                                 | 0,00008                                                                 | 0,00014                                              | 0,00010                             |
| 0,00100              | 0,00012                                                                 | 0,00014                                                                 | 0,00020                                              | 0,00015                             |

#### ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

#### Библиография

- [1] ТУ 6-09-5924—89 Кристаллический фиолетовый  
 [2] ТУ 6-09-1678—95\* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)

---

\* Действует на территории Российской Федерации.



Ключевые слова: никель, таллий, химический анализ, средства измерений, раствор, реактив, проба, массовая доля, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

---

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *М.С. Кабашова*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 01.11.2002. Подписано в печать 22.11.2002. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70:  
Тираж 247 экз. С 8627. Зак. 1046.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.  
Пар № 080102