МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ

Методы определения никеля

ГОСТ 12072.8—79

Cadmium.
Methods of nickel determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения никеля (при массовой доле никеля от 0,0005 % до 0,005 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовой доле никеля от 0,0008 % до 0,005 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 922—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 12072.0.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на экстрагировании толуолом комплекса никеля с α-фурилдиоксимом и измерении его светопоглощения в области длин волн 413—436 нм.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:4 и 1:40.

α-фурилдиоксим, раствор спиртовой 5 г/дм^3.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 50 г/дм^3.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, раствор 200 г/дм^3.

Толуол по ГОСТ 5789.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: навеску никеля массой 0,100 г растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты 1:1 в конической колбе вместимостью 250 см^3. Удаляют оксиды азота кипячением, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 см^3 отмеривают пипеткой 5 см^3 раствора А, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,001 мг никеля.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску кадмия массой 2,000 г (при массовой доле никеля до 0,002 %) или 1,000 г (при массовой доле никеля св. 0,002 %) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют при нагревании в 10 см³ соляной кислоты с добавлением 5—6 капель азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 10 см³ раствора переводят в стакан вместимостью 100 см³, приливают последовательно 1 см³ раствора виннокислого калия-натрия, 1 см³ раствора тиомочевины, 1 см³ раствора α-фурилдиоксима и доливают до 40 см³ водой. Нейтрализуют вначале аммиаком, разбавленным 1:4, а затем 1:40 до pH 9—9,5 по индикаторной бумаге. Переносят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см³, обмывая стенки стакана водой, и доводят объем раствора до 50 см³. Приливают из бюретки 25 см³ толуола и экстрагируют в течение 2 мин. После разделения фаз нижнюю водную фазу отбрасывают, а экстракт промывают 2 раза по 10 см³ аммиака, разбавленного 1:40, в течение 1 мин.

Экстракт переводят в сухую колбу вместимостью 50—100 см³.

Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют в соответствующей кювете в области длин волн 413—436 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Содержание никеля устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести стаканов вместимостью 100 см³ отмеривают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б (что соответствует 1; 2; 3; 4 и 5 мкг никеля), приливают в каждый стакан 1 см³ раствора виннокислого калия-натрия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям никеля строят градуировочный график.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитической линии никеля при длине волны 232,0 нм с введением растворов проб и градуировочных растворов в воздушно-ацетиленовое пламя. Навески предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки с источником излучения для никеля.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5 — 6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм).

Ацетилен в баллоне.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, и раствор 2 моль/дм³.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: навеску никеля массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 25 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг никеля.

Кадмий по ГОСТ 1467 или ГОСТ 22860, содержащий никеля не более $2 \cdot 10^{-4}$ %, раствор 100 г/дм³; 100 г кадмия в виде кусочков или стружки растворяют в 200—250 см³ азотной кислоты. Кислоту приливают медленно, небольшими порциями (примерно по 10 см³). Если при добавлении очередной порции кислоты реакция идет медленно, сливают образовавшийся раствор азотнокислого кадмия в другую колбу и продолжают разложение. Затем объединяют весь раствор, кипятят до удаления оксидов азота, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску кадмия массой 5,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор анализируемой пробы и градуировочные растворы вводят в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют поглощение аналитической линии никеля 232,0 нм по ГОСТ 12072.0.

При необходимости из раствора анализируемой пробы могут быть определены также содержания таллия, свинца, железа, цинка и меди.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести колб вместимостью 100 см³ отмеривают 4,0; 8,0; 10,0 см³ раствора Б, 2,0 и 4,0 см³ раствора А (что соответствует 0,4; 0,8; 1,0; 2,0; 4,0 мг/дм³ никеля), в каждую из колб приливают 10 см³ раствора азотной кислоты 2 моль/дм³ и 50 см³ раствора кадмия 100 г/дм³ доливают до метки водой и перемешивают.

Основой градуировочных растворов служит раствор кадмия.

При определении из одного раствора таллия, железа, свинца, цинка и меди в каждую из указанных выше колб следует добавить такие количества стандартных растворов этих элементов, которые бы соответствовали концентрациям их в градуировочных растворах.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю никеля (X), %, при фотометрическом определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m — масса навески, соответствующая отобранной аликвотной части раствора, г;

m_1 — количество никеля, найденное в растворе анализируемой пробы по градуировочному графику, мкг.

4.2. Массовую долю никеля (X), %, при атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_1 \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где C_1 — массовая концентрация никеля в анализируемом растворе, мг/дм³;

V — объем мерной колбы, см³;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля никеля, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0006
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0008	0,0010

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.08.79 № 3230**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 922—78**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 12072.8—71**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 849—97	2.2,3.2	ГОСТ 5845—79	2.2
ГОСТ 1467—93	3.2	ГОСТ 6344—73	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 11125—84	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 12072.0—79	1.1,3.3.1
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 5789—78	2.2	ГОСТ 22860—93	3.2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

7. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., августе 1984 г., июле 1990 г. (ИУС 9—81, 12—84, 11—90)**

gost.e-ecolog.ru