МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# НИКЕЛЬ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24:546.815.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# НИКЕЛЬ

## Метод определения свинца

Nickel. Method for the determination of lead

**ГОСТ 13047.10—81***

**Взамен ГОСТ 13047.10—67**

ОКСТУ 1709

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен**

**с 01.01.82**

**Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционные методы определения свинца в никеле при массовой доле его от 0,0002 до 0,02 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2254—80.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2. МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ НАТРИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в растворе азотной кислоты или в смеси азотной и фтористоводородной кислот, выделении свинца осаждением с гидроокисью железа, экстракции диэтилдитиокарбамата свинца хлороформом из щелочного раствора в присутствии цианистого калия и винной кислоты.

После обменной реакции с раствором меди измеряют оптическую плотность диэтилдитиокарбамата меди. Измерение проводят при длине волны 435 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

pH-метр.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор 400 г/дм$^3$.

Кислота хлорная, плотностью 1,50 г/см$^3$, раствор 1:1.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, раствор 1:2.

Порошок железный по ГОСТ 9849—86.

Железо азотнокислое, раствор: 1 г железного порошка растворяют в 20 см$^3$ раствора азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ и доливают до метки водой.

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный и раствор 1:19.
Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 400 г/дм$^3$.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.
Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87, раствор 10 г/дм$^3$ в этиловом спирте.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 500 г/дм$^3$; хранят в полиэтиленовом сосуде.
Калий цианистый, раствор 200 г/дм$^3$.
Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, раствор 10 г/дм$^3$.
Хлороформ по ГОСТ 20015—88, перегнанный.
Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор 50 г/дм$^3$.
Свинец металлический по ГОСТ 3778—77.
Стандартные растворы свинца.

Раствор А: 0,1000 г свинца растворяют в 20 см$^3$ раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора А содержит 0,1 мг свинца.

Раствор Б: 25 см$^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, добавляют 5 см$^3$ раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора Б содержит 0,01 мг свинца.

*Примечание. При работе с цианистым калием необходимо соблюдать все правила по технике безопасности по ГОСТ 25086—87.*

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. При массовой доле в никеле до 0,05 % кремния навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли свинца, помещают в стакан вместимостью 400 см$^3$, приливают 5 см$^3$ раствора азотнокислого железа и растворяют в растворе азотной кислоты в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля свинца, % | Масса навески никеля, г | Объем раствора азотной кислоты для растворения, см$^3$ | Объем аликвотной части анализируемого раствора, см$^3$ |
|---|---|---|---|
| От 0,0002 до 0,001 | 10 | 80 | Весь раствор |
| Св. 0,001 » 0,005 | 2 | 20 | То же |
| » 0,005 » 0,02 | 2 | 20 | 25 |

После удаления окислов азота кипячением раствор разбавляют водой до 100—150 см$^3$, нагревают до температуры 70 °С и прибавляют аммиак до полного перехода никеля в растворимый аммиачный комплекс и 5 см$^3$ в избыток. Раствор с осадком оставляют стоять на 30 мин в теплом месте, затем осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают горячим раствором аммиака. Осадок на фильтре растворяют в 15 см$^3$ горячего раствора азотной кислоты и фильтр промывают горячей водой. Раствор охлаждают и при массовой доле свинца свыше 0,005 % переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Весь раствор или его аликвотную часть, отобранную в соответствии с табл. 1, переносят в делительную воронку вместимостью 250 см$^3$. К раствору прибавляют 10 см$^3$ раствора винной кислоты, разбавляют водой до объема 70 см$^3$, прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски и прибавляют 10 капель в избыток, охлаждают. Затем приливают 4 см$^3$ раствора цианистого калия, 5 см$^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, приливают 15,0 см$^3$ хлороформа и встряхивают в течение 3 мин. После расслоения фаз переносят хлороформный слой в другую делительную воронку вместимостью 100 см$^3$. В первую воронку приливают 10,0 см$^3$ хлороформа и встряхивают в течение 3 мин. Хлороформный слой объединяют с органической фазой из первой экстракции, приливают 10 см$^3$ воды, 5 см$^3$ раствора сернокислой меди и встряхивают 2 мин.

2.3.2. После расслоения фаз фильтруют хлороформный слой в мерную колбу вместимостью 25 см$^3$, доливают до метки хлороформом и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 435 нм. Раствором сравнения служит хлороформ.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

2.3.4. При массовой доле в никеле кремния свыше 0,05 % навеску никеля массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 20 см$^3$ раствора азотной кислоты и 2 см$^3$ раствора фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 20 см$^3$ раствора хлорной кислоты и выпаривают до появления густых белых паров. Остаток охлаждают, добавляют 30 см$^3$ воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 400 см$^3$, добавляют 5 см$^3$ раствора азотнокислого железа и далее поступают, как указано в пп. 2.3.1—2.3.3.

2.3.5. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести делительных воронок вместимостью по 250 см$^3$ отбирают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см$^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг свинца. Во все воронки приливают по 10 см$^3$ раствора винной кислоты, разбавляют водой до 70 см$^3$ и далее поступают в соответствии с пп. 2.3.1 и 2.3.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий свинец.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим массовым концентрациям свинца строят градуировочный график.

2.3.4, 2.3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю свинца ($X$) в процентах вычисляют по формуле

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

где $m_1$ — масса свинца в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г;

$m_2$ — масса свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

$m$ — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля свинца, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| От 0,0002 до 0,0004 | 0,0001 |
| Св. 0,0004 » 0,0008 | 0,0002 |
| » 0,0008 » 0,0012 | 0,0003 |
| » 0,0012 » 0,0025 | 0,0004 |
| » 0,0025 » 0,005 | 0,0007 |
| » 0,005 » 0,012 | 0,001 |
| » 0,012 » 0,02 | 0,002 |

## 3. МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ С 4-(2-ПИРИДИЛАЗО)-РЕЗОРЦИНОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в растворе азотной кислоты или в смеси азотной и фтористоводородной кислот, выделении свинца осаждением с гидроокисью железа, экстракции диэтилдитиокарбамата свинца хлороформом из щелочного раствора в присутствии цианистого калия и винной кислоты. После обменной реакции с раствором меди устанавливают pH водной фазы, равным 10, прибавляют раствор ПАР [4-(2-пиридилазо)-резорцин] и измеряют оптическую плотность комплекса свинца с ПАР при длине волны 520 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

pH-метр.

Для анализа применяют реактивы и растворы в соответствии с п. 2.2 со следующим дополнением:

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Буферный раствор с pH 10: 26 г хлористого аммония растворяют в воде, прибавляют 85 см$^3$ аммиака, разбавляют водой до 1000 см$^3$. При необходимости устанавливают pH раствора 10±0,2, добавляя по каплям раствор соляной кислоты или аммиака.

ПАР 4-(2-пиридилазо)-резорцин, раствор 2 г/дм$^3$.

Примечание. При работе с цианистым калием необходимо соблюдать все правила по технике безопасности по ГОСТ 25086—87.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. При массовой доле в никеле до 0,05 % кремния анализ проводят в соответствии с п. 2.3.1.

3.3.2. После обменной реакции с раствором сернокислой меди органический слой отбрасывают, а водную фазу переносят в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, ополаскивая воронку 15 см$^3$ буферного раствора. Прибавляют 2 см$^3$ раствора цианистого калия и 1 см$^3$ раствора ПАР, перемешивая после добавки каждого реактива. Доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 520 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.3. При массовой доле в никеле свыше 0,05 % кремния растворяют навеску никеля в соответствии с п. 2.3.4 и продолжают анализ в соответствии с п. 2.3.1. После обменной реакции с раствором сернокислой меди продолжают анализ, как указано в п. 3.3.2.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести делительных воронок вместимостью по 250 см$^3$ отбирают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см$^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,020; 0,040; 0,060; 0,080 и 0,10 г свинца. Во все воронки приливают по 15 см$^3$ раствора винной кислоты, разбавляют водой до 70 см$^3$ и далее продолжают анализ по пп. 3.3.1, 3.3.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий свинец.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим массовым концентрациям свинца строят градуировочный график.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю свинца ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где $m_1$ — масса свинца, найденная по градуировочному графику, г;

$m$ — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

## 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в растворе азотной кислоты или в смеси азотной и фтористоводородной кислот, выделении свинца осаждением с гидроокисью железа, растворении осадка в растворе азотной кислоты и измерении атомной абсорбции в пламени ацетилен—воздух при длине волны 283,3 или 217,0 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источник излучения для свинца.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор 400 г/дм$^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1:3.

Железо (III) хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 5 г/дм$^3$ в растворе соляной кислоты.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и раствор 1:19.

Свинец металлический по ГОСТ 3778—77.

Стандартный раствор свинца: 0,1000 г свинца растворяют в 20 см$^3$ раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора содержит 0,1 мг свинца.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Проведение анализа

4.3.1. При массовой доле в никеле до 0,05 % кремния, навеску пробы массой, установленной в зависимости от массовой доли свинца, помещают в стакан вместимостью 400 см$^3$ и растворяют в растворе азотной кислоты в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

| Массовая доля свинца, % | Масса навески никеля, г | Объем раствора азотной кислоты для растворения, $см^3$ | Объем анализируемого раствора, $см^3$ |
|---|---|---|---|
| От 0,0002 до 0,001 | 10 | 80 | 25 |
| Св. 0,001 » 0,005 | 5 | 40 | 25 |
| » 0,005 » 0,02 | 2 | 20 | 50 |

После удаления окислов азота кипячением прибавляют к раствору 2 $см^3$ раствора хлорного железа, раствор разбавляют водой до 100—150 $см^3$, нагревают до 70 °С, а далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1. После растворения осадка гидроокисей и промывки фильтра раствор выпаривают до 10—15 $см^3$, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 $см^3$ в соответствии с табл. 3, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию свинца в пламени ацетилен—воздух при длине волны 283,3 нм или 217,0 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и растворами контрольного опыта.

Концентрацию свинца устанавливают по градуировочному графику.

Для определения концентрации свинца допускается использовать метод добавок.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3.2. При массовой доле кремния в никеле свыше 0,05 % навеску никеля массой 5 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 50 $см^3$ раствора азотной кислоты и 5 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 50 $см^3$ раствора хлорной кислоты и выпаривают до появления густых белых паров. Остаток охлаждают, добавляют 50 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ раствора хлорного железа и далее поступают, как указано в п. 2.3.1. После растворения осадка гидроокисей и промывки фильтра раствор выпаривают до 10 $см^3$, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию свинца, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми мерных колб вместимостью 100 $см^3$ отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора свинца, что соответствует 0,050; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80 и 1,0 мг свинца. Во все колбы добавляют по 5 $см^3$ раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию свинца в пламени ацетилен—воздух при длине волны 283,3 или 217,0 нм непосредственно перед и после измерения абсорбции свинца в анализируемом растворе пробы.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим концентрациям свинца строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего свинец.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю свинца ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где $C_1$ — концентрация свинца в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, $г/см^3$;

$C_2$ — концентрация свинца в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, $г/см^3$;

$V$ — объем мерной колбы для приготовления анализируемого раствора, $см^3$;

$m$ — масса навески никеля, г.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.07.99. Подписано в печать 10.08.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 132 экз. С3484. Зак. 653.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru