МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24:546.74.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

Методы определения никеля

Nickel. Methods for the determination of nickel

ГОСТ 13047.1—81*

Взамен ГОСТ 13047.1—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок действия 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 электрогравиметрический метод определения никеля при массовой доле его до 98,8 % и расчетный метод при массовой доле его свыше 98,8 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2280—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнениями.

1.1.1. Отбор и подготовка проб никеля — по ГОСТ 24231—80.

1.1.2. Контроль точности результатов анализа осуществляют по государственным стандартным образцам (ГСО) или по смесям.

Периодичность проведения контроля точности результатов анализа — по нормативно-технической документации, действующей на предприятии.

1.1.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений анализируемого образца в пределах допускаемых расхождений, указанных в каждом отдельном стандарте при доверительной вероятности 0,95.

1.2. Требования безопасности

1.2.1. При выполнении химического анализа никеля применяемые реактивы и анализируемый никель (в виде аэрозоля) являются токсичными веществами.

Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005—88, класс опасности — по ГОСТ 12.1.007—76.

1.2.2. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует выполнять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.016—79.

Анализ проб на содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует выполнять по методикам определения вредных веществ в воздухе, утвержденным Министерством здравоохранения СССР.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

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

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

1.2.3. Утилизацию, удаление и обезвреживание отходов от производства анализов осуществляют по нормативно-технической документации, согласованной с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

1.2.4. При работе с газовыми установками следует выполнять требования ГОСТ 12.2.008—75 и правила безопасности в газовом хозяйстве, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

Все электроустановки и электроаппаратура, применяемые в лаборатории при выполнении анализов, должны соответствовать ГОСТ 12.2.007.0—75 и правилам устройства электроустановок, утвержденных Госэнергонадзором СССР.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. МЕТОД ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте, отделении железа и алюминия в виде гидроокисей, электролитическом выделении никеля при силе тока от 3 до 4 А и напряжении около 4 В и взвешивании выделившегося на катоде осадка никеля. При электролизе одновременно осаждаются кобальт, цинк и медь, содержание которых учитывается при вычислении результатов. Никель, оставшийся в электролите и в осадке гидроокисей, определяют фотометрически с диметилглиоксимом или атомно-абсорбционным методом в пламени ацетилен—воздух.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электроды платиновые сетчатые с поверхностью катода около 100 $см^2$.

Установка для электролиза с мешалкой.

Спетрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источником излучения для никеля.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и раствор 3:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и раствор 1:99.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 100 $г/дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 80 $г/дм^3$.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 50 $г/дм^3$, свежеприготовленный.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, раствор 10 $г/дм^3$ в растворе гидроокиси натрия.

Никель металлический по ГОСТ 849—97.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 1,0000 г никеля растворяют в 30 $см^3$ 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 1 мг никеля.

Раствор Б: 25 $см^3$ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Определение массовой доли никеля, выделившейся на катоде*

Навеску никеля массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, растворяют в 15 $см^3$ раствора азотной кислоты и удаляют окислы азота кипячением.

Если остается нерастворимый осадок, то прибавляют еще 10 $см^3$ раствора азотной кислоты и 10 $см^3$ соляной кислоты и кипятят до полного растворения навески пробы. К раствору прибавляют 20 $см^3$ раствора серной кислоты и выпаривают до белых паров серной кислоты. После охлаждения приливают 50 $см^3$ воды, прибавляют 3 г сернокислого аммония и нагревают до растворения солей и снова охлаждают.

К разбавленному раствору прибавляют аммиак до перехода всего никеля в растворимый аммиачный комплекс и 10 см³ в избыток. Оставляют стоять в течение 20 мин в теплом месте для коагуляции осадка гидроокисей. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности в стакан вместимостью 400 см³, промывают 30 см³ раствора аммиака и растворяют, как указано в п. 2.3.2.1. Фильтрат разбавляют водой до 200 см³, погружают в раствор предварительно взвешенные сетчатые электроды и выделяют никель электролизом при плотности тока 3—4 А/дм² и напряжении около 4 В в течение 1,5—2 ч. Во время электролиза стакан с раствором закрывают двумя половинками часового стекла, в середине которых выточены отверстия для электродов.

Для контроля полноты выделения никеля отбирают 1 см³ раствора в фарфоровый тигель, выпаривают избыток аммиака и прибавляют несколько капель раствора диметилглиоксима. Если в течение 3—4 мин не появится красная окраска диметилглиоксимата никеля, электролиз считается законченным. Не выключая тока, убирают стакан с электролитом и погружают электроды в стакан с водой. Через несколько минут стакан с водой убирают, катод обмывают водой и затем спиртом, высушивают при 105 °С, охлаждают и взвешивают катод с суммой массы выделившихся никеля, кобальта, меди и цинка.

2.3.2. *Определение никеля, оставшегося в электролите и в осадке гидроокисей*

2.3.2.1. Электролит и промывные воды упаривают до 50 см³, охлаждают, подкисляют соляной кислотой и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Осадок гидроокисей — по п. 2.3.1 растворяют в 10 см³ горячего раствора соляной кислоты и фильтр промывают горячей водой. Раствор присоединяют к раствору электролита в мерной колбе вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

2.3.2.2. При определении массовой доли никеля в объединенном растворе по п. 2.3.2.1 фотометрическим методом в стакан вместимостью 100—150 см³ отбирают 25 см³ раствора и прибавляют 1 см³ раствора лимонной кислоты, 5 см³ раствора надсернокислого аммония, 20 см³ раствора гидроокиси натрия и 2 см³ раствора диметилглиоксима. Раствор нагревают до 60 °С и оставляют при этой температуре на 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 445 нм не раньше, чем через 10 мин после прибавления раствора диметилглиоксима. Раствором сравнения является объединенный раствор, взятый в том же количестве, что и проба, с добавлением всех реактивов, кроме диметилглиоксима.

Массу никеля находят по градуировочному графику, построенному в соответствии с п. 2.3.3.

2.3.2.3. При определении никеля в объединенном растворе по п. 2.3.2.1 атомно-абсорбционным методом, раствор распыляют в пламя ацетилен—воздух и измеряют атомную абсорбцию никеля при длине волны 232 или 341,5 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика.

Концентрацию никеля находят по градуировочному графику, построенному в соответствии с п. 2.3.4.

2.3.3. *Построение градуировочного графика при определении массовой доли никеля фотометрическим методом с диметилглиоксимом*

В семь из восьми стаканов вместимостью по 100—150 см³ отбирают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мг никеля. Во все стаканы приливают воду до 25 см³, приливают по 1 см³ раствора лимонной кислоты и далее продолжают анализ, как указано в п. 2.3.2.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий никель.

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

2.3.4. *Построение градуировочного графика при определении массовой доли никеля атомно-абсорбционным методом*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 250 см³ отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10 мг никеля.

Во все колбы добавляют по 2 см³ соляной кислоты, по 2,0 г сернокислого аммония, разбавляют водой до 50 см³, перемешивают до растворения солей, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию никеля непосредственно до и после измерения абсорбции никеля в объединенном растворе, как указано в п. 2.3.2.2.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим массовым концентрациям никеля строят градуировочный график.

2.3.3, 2.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_2 - m_1 - m_4) \cdot 100}{m} + \frac{m_3 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1} - (X_1 + X_2 + X_3),$$

где m_1 — масса катода, г;

m_2 — масса катода с осадком никеля, кобальта, цинка, меди и платины, г;

m_4 — потеря массы анода, г;

m_3 — масса никеля в объединенном растворе, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного объединенного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части объединенного раствора, см^3;

m — масса навески никеля, г;

X_1 — массовая доля меди в никеле, %;

X_2 — массовая доля кобальта в никеле, %;

X_3 — массовая доля цинка в никеле, %.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,4 %.

3. МЕТОД РАСЧЕТНЫЙ

3.1. Массовую долю никеля устанавливают по разности между 100 % и суммой нормируемых примесей по ГОСТ 849—97 или по ГОСТ 9722—97.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.07.99. Подписано в печать 04.08.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,47. Тираж 136 экз. С3447. Зак. 630.

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