

## 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  $\alpha$ -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.

$\alpha$ -фурилдиоксим, раствор спиртовой 5 г/дм<sup>3</sup>.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 1:1 в конической колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Удаляют оксиды азота кипячением, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг никеля.

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,001 мг никеля.

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

### 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 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты с добавлением 5–6 капель азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. 10 см<sup>3</sup> раствора переводят в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают последовательно 1 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора тиомочевины, 1 см<sup>3</sup> раствора  $\alpha$ -фурилдиоксима и доливают до 40 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, обмывая стенки стакана водой, и доводят объем раствора до 50 см<sup>3</sup>. Приливают из бюретки 25 см<sup>3</sup> толуола и экстрагируют в течение 2 мин. После разделения фаз нижнюю водную фазу отбрасывают, а экстракт промывают 2 раза по 10 см<sup>3</sup> аммиака, разбавленного 1:40, в течение 1 мин.

Экстракт переводят в сухую колбу вместимостью 50–100 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> отмеривают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б (что соответствует 1; 2; 3; 4 и 5 мг никеля), приливают в каждый стакан 1 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: навеску никеля массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 25 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>; 100 г кадмия в виде кусочков или стружки растворяют в 200–250 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Кислоту приливают медленно, небольшими порциями (примерно по 10 см<sup>3</sup>). 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 25 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения металла и удаления оксидов азота. Приливают 20—25 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> отмеривают 4,0; 8,0; 10,0 см<sup>3</sup> раствора Б, 2,0 и 4,0 см<sup>3</sup> раствора А (что соответствует 0,4; 0,8; 1,0; 2,0; 4,0 мг/дм<sup>3</sup> никеля), в каждую из колб приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 2 моль/дм<sup>3</sup> и 50 см<sup>3</sup> раствора кадмия 100 г/дм<sup>3</sup> 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 отобранный аликовой 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/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 никели, %	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)