

## НИКЕЛЬ

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

Издание официальное

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т****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 электрографиметрический метод определения никеля при массовой доле его до 98,8 % и расчетный метод при массовой доле его выше 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 диметилглиоксом или атомно-абсорбционным методом в пламени ацетилен—воздух.

### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электроды платиновые сетчатые с поверхностью катода около 100 см<sup>2</sup>.

Установка для электролиза с мешалкой.

Спектрофотометр или фтоэлектроколориметр 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 ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 80 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Диметилглиоксом по ГОСТ 5828—77, раствор 10 г/дм<sup>3</sup> в растворе гидроокиси натрия.

Никель металлический по ГОСТ 849—97.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 1,0000 г никеля растворяют в 30 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, растворяют в 15 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и удаляют окислы азота кипячением.

Если остается нерастворимый осадок, то прибавляют еще 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и кипятят до полного растворения навески пробы. К раствору прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и выпаривают до белых паров серной кислоты. После охлаждения приливают 50 см<sup>3</sup> 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  $10 \text{ см}^3$  избытка. Оставляют стоять в течение 20 мин в теплом месте для коагуляции осадка гидроокисей. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности в стакан вместимостью  $400 \text{ см}^3$ , промывают  $30 \text{ см}^3$  раствора аммиака и растворяют, как указано в п. 2.3.2.1. Фильтрат разбавляют водой до  $200 \text{ см}^3$ , погружают в раствор предварительно взвешенные сетчатые электроды и выделяют никель электролизом при плотности тока  $3\text{--}4 \text{ А}/\text{дм}^2$  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  $1 \text{ см}^3$  раствора в фарфоровый тигель, выпаривают избыток аммиака и прибавляют несколько капель раствора диметилглиоксамина. Если в течение 3—4 мин не появится красная окраска диметилглиоксамата 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  $105^\circ\text{C}$ , 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  $50 \text{ см}^3$ , охлаждают, подкисляют соляной кислотой и переносят в мерную колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ . Осадок гидроокисей — по п. 2.3.1 растворяют в  $10 \text{ см}^3$  горячего раствора соляной кислоты и фильтр промывают горячей водой. Раствор присоединяют к раствору электролита в мерной колбе вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , 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  $100\text{--}150 \text{ см}^3$  отбирают  $25 \text{ см}^3$  раствора и прибавляют  $1 \text{ см}^3$  раствора лимонной кислоты,  $5 \text{ см}^3$  раствора надсернокислого аммония,  $20 \text{ см}^3$  раствора гидроокиси натрия и  $2 \text{ см}^3$  раствора диметилглиоксамина. Раствор нагревают до  $60^\circ\text{C}$  и оставляют при этой температуре на 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны  $445 \text{ нм}$  не раньше, чем через 10 мин после прибавления раствора диметилглиоксамина. Раствором сравнения является объединенный раствор, взятый в том же количестве, что и проба, с добавлением всех реагентов, кроме диметилглиоксамина.

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  $341,5 \text{ нм}$  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 диметилглиоксисом*

В семь из восьми стаканов вместимостью по  $100\text{--}150 \text{ см}^3$  отбирают  $0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0$  и  $5,0 \text{ см}^3$  стандартного раствора Б, что соответствует  $0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4$  и  $0,5 \text{ мг}$  никеля. Во все стаканы приливают воду до  $25 \text{ см}^3$ , приливают по  $1 \text{ см}^3$  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  $250 \text{ см}^3$  отбирают  $1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0$  и  $10,0 \text{ см}^3$  стандартного раствора А, что соответствует  $1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0$  и  $10 \text{ мг}$  никеля.

Все колбы добавляют по  $2 \text{ см}^3$  соляной кислоты, по  $2,0 \text{ г}$  сернокислого аммония, разбавляют водой до  $50 \text{ см}^3$ , 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части объединенного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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