

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

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

КАДМИЙ

Методы определения никеля

Cadmium.
Methods of nickel determination

ГОСТ
12072.8—79

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/дм³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 50 г/дм³.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, раствор 200 г/дм³.

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 см³ раствора азотной кислоты 1:1 в конической колбе вместимостью 250 см³. Удаляют оксиды азота кипячением, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 см³ отмеривают пипеткой 5 см³ раствора А, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 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 -фурилдиоксими 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 fazу 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 волн 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 2·10⁵ – 6·10⁵ 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 2·10⁻⁴ %, 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).