УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Метод определения никеля

Graphite. Method for determination of nickel

ГОСТ 17818.12—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает фотометрический метод определения никеля.

Сущность метода заключается в образовании окрашенного комплекса никеля с диметилглиоксимом и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 20.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 1.

Натрий лимоннокислый, трехзамещенный по ГОСТ 22280, раствор концентрации 100 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор концентрации 1 г в 100 см³ этилового спирта.

Тимоловый синий, раствор концентрации 0,1 г в 100 см³ этилового спирта, разбавленного 1 : 4.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, раствор концентрации 50 г/дм³.

Хлороформ (трихлорметан).

Никель хлористый по ГОСТ 4038.

gost.e-ecolog.ru

Стандартный раствор никеля: 4,0489 г хлористого никеля растворяют в воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией никеля 1 мг/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор никеля: отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией никеля 0,01 мг/см³ (раствор Б)

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеривают бюреткой 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030 и 0,040 мг никеля, приливают по 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 20, по 5 см³ аммиака, по 3 см³ раствора диметилглиоксима, по 10 см³ раствора надсернокислого аммония, доливают водой до метки, перемешивают и оставляют на 60 мин.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 450—500 нм, в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий никеля. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора, полученного при определении меди по ГОСТ 17818.10, отбирают аликвотную часть 10—25 см³ в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, приливают 2 см³ раствора лимоннокислого натрия, 3—4 капли раствора тимолового синего, раствора аммиака (1 : 1) до перехода окраски раствора из розовой в желтую и 2 см³ в избыток, затем 3 см³ раствора диметилглиоксима, встряхивают в течение 1—2 мин и оставляют на 5 мин. Затем приливают к раствору 5—7 см³ хлороформа и встряхивают в течение 1—2 мин. После разделения фаз сливают нижний органический слой в другую делительную воронку вместимостью 100—150 см³.

Экстрагирование водного раствора повторяют еще два раза и сливают органический раствор в ту же делительную воронку. Водный слой отбрасывают. К объединенным экстрактам приливают 10 см³ разбавленной 1 : 20 соляной кислоты, встряхивают в течение 1—2 мин. После разделения фаз нижний органический слой отбрасывают. Водный солянокислый раствор переливают в

мерную колбу вместимостью 50 см³. Приливают 5 см³ аммиака, 3 см³ раствора диметилглиоксима и 10 см³ раствора надсернокислого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Через 60 мин раствор фотометрируют, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. По значению оптической плотности по градуировочному графику определяют массу никеля в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю никеля (X_{Ni}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Ni} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса никеля, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески графита, г.

5.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля никеля, %	Допускаемое расхождение, %
До 0,001 включ.	0,0001
Св. 0,001 » 0,005 »	0,0002
» 0,005	0,0003

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **С. Н. Шевцова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 17818.12—75**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4038—79	2
ГОСТ 5828—77	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 17818.0—90	2; 3
ГОСТ 17818.10—90	4.1
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 20478—75	2
ГОСТ 22280—76	2

gost.e-ecolog.ru