УДК 622.343-15:546.74.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Метод определения никеля

Copper concentrates.
Method for the determination of nickel

ГОСТ 15934.13—80*

Взамен
ГОСТ 15934.13—70

ОКСТУ 1733

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля 1980 г. № 1981 срок введения установлен

с 01.07.81

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта № 1074 от 15.04.85 срок действия продлен

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли никеля от 0,001 до 0,5%.

Метод основан на образовании окрашенного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде после отделения меди тиосульфатом натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76.

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0—81 и ГОСТ 26100—84.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 0,1 н. раствор.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (апрель 1985 г.) с Изменением № 1 утвержденным в апреле 1985 г. Пост. № 1068 от 15.04.85 (ИУС 7—85)*

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:99.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:50.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 50 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 250 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 250 г/дм³.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1%-ный раствор в спирте.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, раствор 200 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм³.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76, раствор 250 г/дм³, очищенный от никеля следующим образом: 200 см³ раствора помещают в делительную воронку, прибавляют несколько капель аммиака, 5 см³ раствора диметилглиоксима, 10 см³ хлороформа и экстрагируют в течение 2—3 мин. Окрашенный слой хлороформа отбрасывают, а экстракцию продолжают до тех пор, пока хлороформ перестанет окрашиваться.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, раствор 200 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74.

Никель по ГОСТ 849—70, марки Н0.

Стандартные растворы никеля:

раствор А: 0,1000 г никеля помещают в коническую колбу вместимостью 200 см³, прибавляют 10 см³ разбавленной азотной кислоты и нагревают до полного растворения никеля. К охлажденному раствору прибавляют 10 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и нагревают до выделения паров серной кислоты в течение 5—6 мин. Затем колбу с содержимым охлаждают, стенки колбы обмывают 5—7 см³ воды и снова нагревают содержимое колбы до выделения паров серной кислоты. К остатку прибавляют 100 см³ воды и нагревают до полного растворения, затем охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают;

раствор Б: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки разбавленной 1:99 серной кислотой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг никеля.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески медного концентрата, вместимость мерной колбы и объем аликвотной части раствора в зависимости от массовой доли никеля указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,001 до 0,005	2	—	Используется весь фильтрат
Св. 0,005 » 0,05	1	100	50—10
» 0,05 » 0,2	0,5	100	10
» 0,2 » 0,5	0,25	100	10—5

3.2. Навеску концентрата помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой, прибавляют 25—40 см³ соляной кислоты и нагревают в течение 15 мин. Затем в стакан прибавляют 15 см³ азотной кислоты, накрывают его часовым стеклом и нагревают до прекращения выделения окислов азота. После этого стекло обмывают над стаканом водой, к раствору прибавляют 15 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, выпаривают раствор до появления паров серной кислоты и продолжают нагревать еще в течение 10 мин. Стакан с содержимым охлаждают, стенки стакана обмывают 7—10 см³ воды и еще раз нагревают до выделения паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, прибавляют 100 см³ воды и нагревают содержимое стакана до кипения.

Раствор фильтруют через плотный фильтр в коническую колбу вместимостью 300—400 см³.

Фильтр с остатком промывают 8—10 раз разбавленной 1:99 серной кислотой. Фильтрат нагревают до кипения, прибавляют 15—20 см³ раствора серноватистокислого натрия и кипятят до полной коагуляции осадка. Прозрачный раствор над остатком проверяют на полноту осаждения меди. Для этого добавляют 1—2 мл раствора серноватистокислого натрия. Отсутствие черного осадка сульфида меди показывает полноту осаждения.

Раствор отфильтровывают через неплотный фильтр в стакан вместимостью 250—300 см³. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз разбавленной 1:99 серной кислотой. Фильтрат нагревают, прибавляют 20 см³ перекиси водорода и продолжают нагревать до выделения паров серной кислоты. Полученный остаток охлаждают, прибавляют 10 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, 20 см³ воды и кипятят. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора, указанную в табл. 1, переносят в стакан вместимостью 150 см³, приливают 1—3 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 15—20 мм раствора хлористого аммония, 15 см³ раствора лимоннокислого натрия и разбавляют до 100 см³.

В раствор помещают кусочек лакмусовой бумажки и прибавляют по каплям при перемешивании разбавленный 1:1 аммиак до слабощелочной реакции. Затем раствор переливают в делительную воронку вместимостью 150 см³, добавляют 1 см³ диметилглиоксима, перемешивают и трижды экстрагируют диметилглиоксимат никеля хлороформом, прибавляя первый раз 5 см³, затем 3 и 2 см³ экстрагента.

Содержимое воронки каждый раз встряхивают в течение 1—2 мин и после расслоения жидкостей хлороформный слой сливают в другую делительную воронку.

К соединенным хлороформным экстрактам прибавляют по 10 см³ разбавленного 1:50 аммиака, встряхивают, перемешивают, дают отстояться, затем сливают хлороформный слой в третью делительную воронку, а водный раствор встряхивают с 2 см³ хлороформа, который затем присоединяют к экстракту. После этого дважды реэкстрагируют никель 0,1 н. раствором соляной кислоты, прибавляя к экстракту 10 и 5 см³ кислоты и встряхивая воронку в течение 1 мин.

Хлороформный слой отбрасывают, а объединенные солянокислые растворы (реэкстракты) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. К раствору прибавляют 5 см³ раствора виннокислого калия-натрия, 10 см³ раствора гидроокиси натрия, 10 см³ раствора надсернокислого аммония и 2 см³ раствора диметилглиоксима (после добавления каждого реактива раствор перемешивают). Затем раствор доливают водой до метки, перемешивают и через 25 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 520—540 нм и кювету с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора 20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание никеля в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

3.3. Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью по 100 см³ микробюреткой отмеривают 1, 3, 5, 7 и 10 см³ стандартного раствора Б. Шестая колба служит для проведения контрольного опыта.

Растворы разбавляют водой до 50 см³, приливают по 15 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты, по 5 см³ раствора виннокислого калия-натрия, по 10 см³ раствора гидроокиси натра и далее продолжают, как указано в п. 3.2.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям никеля строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем мерной колбы, см^3;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,002	0,0002	Св. 0,032 до 0,064	0,0025
Св. 0,002 » 0,004	0,0004	» 0,064 » 0,12	0,005
» 0,004 » 0,008	0,0006	» 0,12 » 0,24	0,01
» 0,008 » 0,016	0,0008	» 0,24 » 0,5	0,03
» 0,016 » 0,032	0,0015		

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—81 не реже одного раза в полгода.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru