

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

## КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

## Метод определения никеля

Copper concentrates.  
Method for the determination of nickel

ОКСТУ 1733

## ГОСТ

15934.13-80\*

Взамен

ГОСТ 15934.13-70

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)



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/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

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

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>, очищенный от никеля следующим образом: 200 см<sup>3</sup> раствора помещают в делительную воронку, прибавляют несколько капель аммиака, 5 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксимиа, 10 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> разбавленной азотной кислоты и нагревают до полного растворения никеля. К охлажденному раствору прибавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды и снова нагревают содержимое колбы до выделения паров серной кислоты. К остатку прибавляют 100 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения, затем охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают;

раствор Б: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки разбавленной 1:99 серной кислотой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг никеля.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>	Объем аликовой части раствора, см <sup>3</sup>
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 концентраты помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смачивают водой, прибавляют 25—40 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают в течение 15 мин. Затем в стакан прибавляют 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают его часовым стеклом и нагревают до прекращения выделения окислов азота. После этого стекло обмывают над стаканом водой, к раствору прибавляют 15 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды и еще раз нагревают до выделения паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, прибавляют 100 см<sup>3</sup> воды и нагревают содержимое стакана до кипения.

Раствор фильтруют через плотный фильтр в коническую колбу вместимостью 300—400 см<sup>3</sup>.

Фильтр с остатком промывают 8—10 раз разбавленной 1:99 серной кислотой. Фильтрат нагревают до кипения, прибавляют 15—20 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия и кипятят до полной коагуляции осадка. Прозрачный раствор над остатком проводят 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 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз разбавленной 1:99 серной кислотой. Фильтрат нагревают, прибавляют 20 см<sup>3</sup> перекиси водорода и продолжают нагревать до выделения паров серной кислоты. Полученный остаток охлаждают, прибавляют 10 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 соляной кислоты, 20 см<sup>3</sup> воды и кипятят. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликовую часть раствора, указанную в табл. 1, переносят в стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, приливают 1—3 см<sup>3</sup> раствора соляно-кислого гидроксиамина, 15—20 мм раствора хлористого аммония, 15 см<sup>3</sup> раствора лимонно-кислого натрия и разбавляют до 100 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> диметилглиоксина, перемешивают и трижды экстрагируют диметилглиоксмат никеля хлороформом, прибавляя первый раз 5 см<sup>3</sup>, затем 3 и 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> разбавленного 1:50 аммиака, встряхивают, перемешивают, дают отстояться, затем сливают хлороформный слой в третью делительную воронку; а водный раствор встряхивают с 2 см<sup>3</sup> хлороформа, который затем присоединяют к экстракту. После этого дважды резэкстрагируют никель 0,1 н. раствором соляной кислоты, прибавляя к экстракту 10 и 5 см<sup>3</sup> кислоты и встряхивая воронку в течение 1 мин.

Хлороформный слой отбрасывают, а объединенные солянокислые растворы (резэкстракты) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. К раствору прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония и 2 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксина (после добавления каждого реагента 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 см<sup>3</sup> микробюреткой отмеривают 1, 3, 5, 7 и 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б. Шестая колба служит для проведения контрольного опыта.

Растворы разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>, приливают по 15 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора соляной кислоты, по 5 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия, по 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия 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,  $\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески концентратса, г;

$V_1$  — объем аликовитной части раствора,  $\text{см}^3$ .

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	0,006
> 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, Изд. № 1).