

**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/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор концентрации 1 г в 100 см<sup>3</sup> этилового спирта.

Тимоловый синий, раствор концентрации 0,1 г в 100 см<sup>3</sup> этилового спирта, разбавленного 1 : 4.

Аммоний надсерноокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, раствор концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>.

Хлороформ (трихлорметан).

Никель хлористый по ГОСТ 4038.

Стандартный раствор никеля: 4,0489 г хлористого никеля растворяют в воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией никеля 1 мг/см<sup>3</sup> (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор никеля: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией никеля 0,01 мг/см<sup>3</sup> (раствор Б).

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 и 4,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:20, по 5 см<sup>3</sup> аммиака, по 3 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима, по 10 см<sup>3</sup> раствора надсернистого 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 см<sup>3</sup> в делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия, 3—4 капли раствора тимолового синего, раствора аммиака (1:1) до перехода окраски раствора из розовой в желтую и 2 см<sup>3</sup> в избыток, затем 3 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима, встряхивают в течение 1—2 мин и оставляют на 5 мин. Затем приливают к раствору 5—7 см<sup>3</sup> хлороформа и встряхивают в течение 1—2 мин. После разделения фаз сливают нижний органический слой в другую делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>.

Экстрагирование водного раствора повторяют еще два раза и сливают органический раствор в ту же делительную воронку. Водный слой отбрасывают. К объединенным экстрактам приливают 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. Приливают 5 см<sup>3</sup> аммиака, 3 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима и 10 см<sup>3</sup> раствора надсернической кислоты 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, см<sup>3</sup>;

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

$m$  — 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 ДОКУМЕН- ТЫ

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