



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1176244 A

(51) 4 G 01 N 31/22, 21/77

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3695569/23-26
(22) 24.01.84
(46) 30.08.85. Бюл. № 32
(72) В.К.Зинчук, Г.С.Мальцева
и Г.В.Гришук
(71) Львовский ордена Ленина государ-
ственный университет им. И.Франко
(53) 543.062 (088.8)
(56) Марченко З. Фотометрическое
определение элементов. М.: Мир,
с. 270-272.

Авторское свидетельство СССР
№ 880991, кл. С 01 G 53/00, 1981.
(54)(57) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ
В МЕДЬСОДЕРЖАЩИХ СПЛАВАХ, включаю-

щий перевод никеля в окрашенное со-
единение с диметилглиоксимом в сла-
бощелочной среде в присутствии окис-
лителя и последующее фотометрирова-
ние раствора, о т л и ч а ю щ и й -
с я тем, что, с целью повышения чув-
ствительности, точности, воспроизво-
димости и надежности анализа, для
создания слабощелочной среды приме-
няют буферную смесь, содержащую пи-
рофосфат и фторид натрия, с рН 8,0-
9,5, а в качестве окислителя исполь-
зуют дипероксиадипиновую или диперок-
сисебаценовую кислоту с concentra-
цией $8 \cdot 10^{-5}$ - $4 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

(19) SU (11) 1176244 A

Изобретение относится к определению никеля в водных растворах при совместном присутствии меди.

Цель изобретения - повышение чувствительности, точности воспроизводимости и надежности определения.

Пример 1. Навеску латуни с содержанием меди 59% и никеля в виде примеси ($<0,1\%$) растворяют в 3 мл 4%-ного раствора фторида натрия и 4 мл HNO_3 при слабом нагревании, кипятят для удаления окислов азота и упаривают до влажных солей. Доливают 5 мл HNO_3 (1:1); 5 мл H_2SO_4 (1:4), разбавляют водой до 100 мл и проводят электролиз в течение 40 мин при силе тока 1,5 А и напряжении 2,5 В. Электролиз проводится при соотношении $\text{Ni}:\text{Cu} < 10^3$.

Раствор немного упаривают и переносят в мерную колбу на 100 мл. Отбирают аликватную часть объемом 5 мл, добавляют 7 мл насыщенного раствора пирогосфата натрия, подкисленного до pH 8, 1 мл $2 \cdot 10^{-3}$ М раствора дипероксиадипиновой кислоты, 2 мл 0,01 М раствора диметилглиоксима в этаноле, доводят водой до 25 мл и перемешивают. Через 10-15 мин раствор фотомет-

рируют. Содержание никеля находят по калибровочному графику.

Найдено никеля 0,0905%. Воспроизводимость $0,51 \cdot 10^{-3}$, точность 0,90; абсолютная ошибка $0,8 \cdot 10^{-3}$.

Пример 2. Навеску латуни 0,1 г с содержанием олова $<0,1\%$, меди 95,9% растворяют при слабом нагревании в 5 мл HNO_3 (1:1), кипятят до удаления окислов азота, прибавляют 3 мл H_2SO_4 (1:4), разбавляют водой до 100 мл и проводят электролиз в течение 40 мин при силе тока 1,5 А и напряжении 2,5 В. Раствор немного упаривают и переносят в мерную колбу на 100 мл. Отбирают аликватную часть объемом 5 мл, доводят пирофосфатом натрия до pH 8,5 и прибавляют 3 мл диперокси-себадиновой кислоты. Добавляют 2 мл 0,01 М раствора диметилглиоксима в этаноле и доводят объем до 25 мл. Через 10-15 мин раствор фотометрируют. Найдено никеля 0,113%. Воспроизводимость $0,46 \cdot 10^{-3}$, точность 0,65; абсолютная ошибка $0,73 \cdot 10^{-3}$. При изменении предельных концентраций реагента и предельных значений pH ухудшаются воспроизводимость, точность, возрастает ошибка определения.

Составитель В.Соколов

Редактор М.Недолуженко

Техред С.Мигунова

Корректор С.Шекмар

Заказ 5353/44

Тираж 897

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4