МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения олова

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт», АО «Институт Гипроникель»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 17 сентября 2002 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.15—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.12—81, ГОСТ 741.18—80

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2006 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2002
© Стандартинформ, 2006

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования и требования безопасности 1
4 Атомно-абсорбционный метод 1
4.1 Метод анализа 1
4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 1
4.3 Подготовка к анализу 2
4.4 Проведение анализа 2
4.5 Обработка результатов анализа 3
4.6 Контроль точности анализа 3
Приложение А Библиография 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения олова

Nickel. Cobalt.
Method for determination of tin

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения олова при массовой доле от 0,0001 % до 0,0020 % в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Атомно-абсорбционный метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 235,5 нм резонансного излучения атомами олова, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии олова.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие средней плотности.

Издание официальное

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9 и 1:19.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или при необходимости по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей олова не более 0,0001 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей олова не более 0,0001 %.

Олово по ГОСТ 860.

Растворы олова известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации олова 0,0001 г/см^3: в стакан вместимостью 100 см^3 помещают навеску олова массой 0,1000 г, приливают 20—30 см^3 соляной кислоты, растворяют при нагревании на кипящей водяной бане, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 50 см^3 соляной кислоты и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации олова 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор В массовой концентрации олова 0,000001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей олова не более 0,0010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 1,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей олова. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 10—15 см^3, приливают 40—50 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

В колбы отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор олова не вводят, доливают до метки водой и далее измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса олова в растворах для градуировки составляет 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008; 0,000010 г.

4.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей олова свыше 0,0010 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 20 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного, как указано в 4.3.1, вводят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора В, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор олова не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса олова в растворах для градуировки указана в 4.3.1.

4.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 1,000 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до объема 5—7 см^3, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают и доливают до метки водой.

При массовой доле олова свыше 0,0010 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора объемом 20 см^3 и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 35,5 нм, ширине щели не более 0,7 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона не менее двух раз, последовательно вводя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрофотометра подбирают оптимальный объем раствора от 0,005 до 0,050 см^3 или оптимальное время аэрозольного распыления от 5 до 50 с. Промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный, как указано в 4.3.

Подбор оптимальных температурных режимов проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки. Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 1.

Таблица 1 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	120—150	2—30
Озоление	700—1000	10—30
Атомизация	2200—2400	4—5

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам олова строят градуировочные графики.

По значению абсорбции раствора пробы находят массу олова по соответствующему градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю олова в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_x K}{M} 100, \quad (1)$$

где M_x — масса олова в растворе пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля олова	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,00010	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00012	0,00014	0,00020	0,00015
0,0020	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, кобальт, олово, химический анализ, массовая доля, средства измерений, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 13.03.2006. Формат 60 × 84$^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,45. Тираж 29 экз. Зак. 94. С 2586

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»

gost.e-ecolog.ru