ГОСТ 13047.4—2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения кобальта в никеле

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 13047.4—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.6—81

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения кобальта в никеле

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of cobalt in nickel

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения кобальта при массовой доле от 0,001 % до 1,0 % в первичном никеле по ГОСТ 849 и никелевом порошке по ГОСТ 9722.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. 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
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

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

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 500 нм раствора комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью после предварительной экстракции его соединений с роданидом аммония и диантипирилметаном.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 490—540 нм.

Издание официальное

Иономер, обеспечивающий проведение измерений в области pH 5—6.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или при необходимости по ГОСТ 14261, раствор молярной концентрации 5 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая фармакопейная по [1], раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, разбавленная 1:1, и раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм^3.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 0,4 г/см^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 0,5 г/см^3 и раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм^3.

Буферный раствор: смешивают 150 см^3 раствора уксусной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3 и 850 см^3 раствора уксуснокислого натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм^3, добавляют уксусную кислоту, разбавленную 1:1, или раствор уксуснокислого натрия массовой концентрации 0,5 г/см^3 до получения pH раствора в пределах 5,2—5,4.

Диантипирилметан по [2], раствор массовой концентрации 0,02 г/см^3 в хлороформе.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или [3].

Нитрозо-Р-соль по [4], раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3.

Кобальт по ГОСТ 123.

Растворы кобальта известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации кобальта 0,001 г/см^3: в стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску кобальта массой 1,0000 г, приливают 25—30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют, выпаривают раствор до объема 7—10 см^3, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, охлаждают, приливают 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации кобальта 0,0001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор В массовой концентрации кобальта 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б, приливают 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в стаканы или колбы вместимостью 100 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора В, приливают 0,5 см^3 уксусной кислоты, разбавленной 1:1, далее поступают, как указано в 4.4.2.

Масса кобальта в растворах для градуировочного графика составляет 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010 г.

По значениям светопоглощения растворов и соответствующим им массам кобальта строят градуировочный график с учетом светопоглощения раствора, подготовленного без введения раствора кобальта.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Массовая доля кобальта, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,001 до 0,010 включ.	1,000	Весь раствор
Св. 0,01 » 0,10 »	1,000	10
» 0,1 » 1,0 »	0,200	5

Пробу растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор до объема 7—10 см^3.

При массовой доле кобальта свыше 0,01 % раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и в стакан вместимостью 100 или 150 см^3 отбирают аликвотную часть объемом в соответствии с таблицей 1.

К раствору или аликвотной части его приливают 10 см³ соляной кислоты, выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют. К остатку приливают 5 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 5 моль/дм³, 5 см³ воды, нагревают до растворения солей и охлаждают.

Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты, выдерживают 1—2 мин, приливают 10 см³ раствора роданистого аммония, доливают водой до 50 см³, приливают 10 см³ раствора диантипирилметана и экстрагируют 1 мин. После расслоения фаз органическую фазу сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см³, а к водной фазе приливают 10 см³ раствора диантипирилметана, повторяют экстракцию 1 мин, органические фазы объединяют, а водную — отбрасывают.

К органической фазе приливают 15 см³ буферного раствора и встряхивают воронку 1 мин. Органическую фазу сливают в другую делительную воронку, водную фазу сливают в стакан или колбу вместимостью 100 см³. К органической фазе вновь приливают 15 см³ буферного раствора и встряхивают делительную воронку 1 мин. Органическую фазу отбрасывают, а водные фазы объединяют.

К объединенному раствору приливают 0,5 см³ уксусной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до объема 10—15 см³.

4.4.2 К раствору приливают 5 см³ раствора уксуснокислого натрия массовой концентрации 0,5 г/см³, кипятят 2—3 мин, приливают 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли, кипятят 2—3 мин, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 1 мин. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Через 25—30 мин измеряют светопоглощение раствора пробы и контрольного опыта на спектрофотометре при длине волны 500 нм или на фотоэлектроколориметре в области длин волн 490—540 нм, используя в качестве раствора сравнения раствор, подготовленный, как указано в 4.3, без введения раствора кобальта.

Массу кобальта в растворах находят по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{(M_x - M_к)}{M} K \cdot 100, \qquad (1)$$

где M_x — масса кобальта в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса кобальта в растворе контрольного опыта, г;

M — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы.

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 кобальта	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
0,0010	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003
0,0030	0,0004	0,0005	0,0008	0,0006
0,0050	0,0006	0,0007	0,0012	0,0008
0,0100	0,0010	0,0012	0,0020	0,0014
0,030	0,003	0,004	0,006	0,004
0,050	0,005	0,006	0,010	0,007
0,100	0,007	0,008	0,014	0,010
0,300	0,015	0,020	0,030	0,021
0,50	0,02	0,03	0,04	0,03
1,00	0,04	0,05	0,08	0,06

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении при длине волны 240,7 нм поглощения резонансного излучения атомами кобальта, образующимися в результате атомизации при введении раствора пробы в пламя ацетилен-воздух.

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

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений в пламени ацетилен-воздух.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии кобальта.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [5] или другие средней плотности.

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

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей кобальта не более 0,001 %.

Кобальт по ГОСТ 123.

Растворы кобальта известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации кобальта 0,001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

Раствор Б массовой концентрации кобальта 0,0001 г/см^3 готовят, как указано в 4.2.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей кобальта по 0,01 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 5,000 г проб карбонильного никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей кобальта. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески пробы растворяют при нагревании в 50—60 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. 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 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора Б, в колбу с раствором контрольного опыта раствор кобальта не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.2.

Масса кобальта в растворах для градуировки составляет 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040; 0,00050 г.

5.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей кобальта от 0,01 % до 0,05 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 1,000 г проб карбонильного никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей кобальта. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески пробы растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и поступают, как указано в 5.3.1.

Масса кобальта в растворах для градуировки указана в 5.3.1.

5.3.3 Для градуировочного графика 3 при определении массовых долей кобальта от 0,05 % до 0,5 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 10 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного, как указано в 5.3.2, вводят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора Б, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор кобальта не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса кобальта в растворах для градуировки указана в 5.3.1.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 — Условия подготовки раствора пробы

Массовая доля кобальта, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора пробы, $см^3$	Номер градуировочного графика
От 0,001 до 0,010 включ.	5,000	Весь раствор	1
Св. 0,01 » 0,05 »	1,000	То же	2
» 0,05 » 0,50 »	1,000	10	3
» 0,5 » 1,0 »	0,500	5	3

Пробу массой 5,000 г растворяют при нагревании в 50—60 $см^3$, а массой 0,500—1,000 г — в 15—20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают соответственно до объема 15—20 $см^3$ и 5—7 $см^3$, приливают 40—50 $см^3$ воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$.

При массовой доле кобальта свыше 0,5 % в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают аликвотную часть раствора объемом в соответствии с таблицей 3 и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

5.4.2 Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 240,7 нм, ширине щели не более 1,0 нм не менее двух раз, последовательно вводя их в пламя, промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный, как указано в 5.3.

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

По значению абсорбции раствора пробы находят массу кобальта по градуировочному графику в соответствии с таблицей 3.

5.5 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{M_x K}{M} 100, \qquad (2)$$

где M_x — масса кобальта в растворе пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

5.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ФС 42-2662—89 (Регистр лекарственных средств в России, М., 1993, Инфармхим)	Аскорбиновая кислота фармакопейная
[2] ТУ 6-09-57-33—89	Диантипирилметан
[3] ГФ X, статья 160	Хлороформ фармакопейный
[4] ТУ 6-09-5320—86	Нитрозо-Р-соль
[5] ТУ 6-09-1678—95*	Фильтры обеззоленные (белая, красная, 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, химический анализ, массовая доля, средства измерений, раствор, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.В. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

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. 0,75. Тираж 29 экз. Зак. 83. С 2575.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»

gost.e-ecolog.ru