МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения цинка

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 13047.11—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.8—81, ГОСТ 741.12—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 2
4.6 Контроль точности анализа 3
Приложение А Библиография 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения цинка

Nickel. Cobalt. Method for determination of zinc

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения цинка при массовой доле от 0,0002 % до 0,010 % 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 3640—94 Цинк. 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

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 213,9 нм резонансного излучения атомами цинка, образующимися в результате атомизации при введении раствора пробы в пламя ацетилен-воздух.

4.2 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 цинка.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие плотные фильтры.

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

Издание официальное

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей цинка не более 0,0002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей цинка не более 0,0002 %.

Цинк по ГОСТ 3640.

Растворы цинка известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации цинка 0,0001 г/см³: в стакан или колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску цинка массой 0,1000 г, приливают 15—20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации цинка 0,00001 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора А 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 цинка не более 0,0020 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см³ помещают навески массой 3,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей цинка. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 40—50 см³ 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 15—20 см³, приливают 40—50 см³ воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³.

В колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ раствора Б, в колбу с раствором контрольного опыта раствор цинка не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса цинка в растворах для градуировки составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000040; 0,000050; 0,000060 г.

4.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей цинка свыше 0,0020 % в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают по 20 см³ раствора контрольного опыта, подготовленного, как указано в 4.3.1, вводят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ раствора Б, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор цинка не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса цинка в растворах для градуировки указана в 4.3.1

4.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску пробы массой 3,000 г, приливают 40—50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 15—20 см³, охлаждают. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

При массовой доле цинка свыше 0,0020 % в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора объемом 20 см³, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 213,9 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 4.3.

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам цинка строят градуировочный график.

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса цинка 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 1.

Таблица 1 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля цинка	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
0,00020	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00030	0,00006	0,00007	0,00012	0,00008
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00010	0,00012	0,00020	0,00014
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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обессоленные (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, цинк, химический анализ, массовая доля, средства измерений, раствор, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 13.03.2006. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,43. Тираж 29 экз. Зак. 90. С 2582.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»

gost.e-ecolog.ru