МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения свинца

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 13047.13—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.10—81, ГОСТ 741.13—91

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 свинца

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of lead

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционные методы определения свинца при массовой доле от 0,0001 % 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 3778—98 Свинец. Технические условия
ГОСТ 4236—77 Свинец (II) азотнокислый. 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 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 22861—93 Свинец высокой 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 с электротермической атомизацией

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 283,3 нм резонансного излучения атомами свинца, 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 свинца.

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.

Свинец по ГОСТ 3778 или по ГОСТ 22861.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

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

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

Растворы свинца известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации свинца 0,001 г/см^3 из свинца: навеску свинца массой 0,5000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 30—40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают 30—40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор А массовой концентрации свинца 0,001 г/см^3 из азотнокислого свинца: навеску азотнокислого свинца массой 1,5980 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 40—50 см^3 воды и 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают 40—50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации свинца 0,0001 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 свинца 0,00001 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.

Раствор Г массовой концентрации свинца 0,000001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора В 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 свинца 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 свинца. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески растворяют при нагревании 15—20 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 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора Г, в колбу с раствором контрольного опыта раствор свинца не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса свинца 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 свинца свыше 0,0010 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 10 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 Г, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор свинца не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса свинца 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, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 5—7 см^3, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают и доливают до метки водой.

При массовой доле свинца свыше 0,0010 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора объемом 10 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 283,3 нм, ширине щели не более 1,0 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 0,010 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 для атомизатора 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	150—200	2—15
Озоление	600—800	10—20
Атомизация	1800—2100	4—5

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

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса свинца 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 свинца	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	0,00003	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00010	0,00012	0,00020	0,00015
0,0030	0,0004	0,0005	0,0007	0,0005
0,0050	0,0006	0,0007	0,0012	0,0008
0,0100	0,0010	0,0012	0,0020	0,0015

5 Атомно-абсорбционный метод с пламенной атомизацией (для массовых долей свинца от 0,002 % до 0,010 %)

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 283,3 нм резонансного излучения атомами свинца, 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 свинца.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [1] 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 свинца не более 0,002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей свинца не более 0,002 %.

Свинец по ГОСТ 3778 или ГОСТ 22861.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

Растворы свинца известной концентрации.

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

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

5.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 3,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей свинца. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 25—30 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 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см^3 раствора Б, в колбу с контрольным опытом раствор свинца не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

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

5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 3,000 г, приливают 25—30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, выпаривают до объема 15—20 см^3, приливают воду до 50—60 см^3, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 283,3 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 контрольного опыта, подготовленный, как указано в 5.3.

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

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса свинца в растворе пробы, г;

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] 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, свинец, химический анализ, средства измерений, раствор, реактив, проба, массовая доля, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
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. 0,60. Тираж 29 экз. Зак. 92. С 2584

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

gost.e-ecolog.ru