МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения кремния

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
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
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 13047.8—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.4—81, ГОСТ 741.10—80

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 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 Спектрофотометрический метод 1
4.1 Метод анализа 1
4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 2
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 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения кремния

Nickel. Cobalt.
Method for determination of silicon

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения кремния при массовой доле от 0,0003 % до 0,05 % в первичном никеле по ГОСТ 849 и в кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3652—69 Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 6006—78 Бутанол-1. Технические условия
ГОСТ 9428—73 Кремния (IV) оксид. 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 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

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

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 610—810 нм раствора комплексного кремневомолибденового соединения, восстановленного двухлористым оловом, после предварительного экстракционного извлечения бутиловым спиртом из среды азотной кислоты.

Издание официальное

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 590—620 или 800—820 нм.

pH-метр (иономер), обеспечивающий проведение измерений в диапазоне pH от 1 до 2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1 и 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:9.

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

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрации 0,5 г/см^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или при необходимости по ГОСТ 24147, разбавленный 1:1.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие плотные фильтры.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный и раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

Для перекристаллизации в стакан вместимостью 600 или 1000 см^3 помещают навеску молибденовокислого аммония массой 70,0 г, приливают 400 см^3 воды, растворяют при нагревании до 70—80 °С, фильтруют горячий раствор через фильтр (белая или синяя лента), фильтрат снова нагревают и горячий раствор фильтруют. К горячему раствору приливают 250 см^3 этилового спирта, охлаждают, выдерживают не менее 1 ч и отфильтровывают кристаллический осадок на фарфоровую фильтрующую воронку. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом порциями по 20—30 см^3 и высушивают на воздухе.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор массовой концентрации 0,05 г/см^3.

Олово двухлористое по [2], раствор массовой концентрации 0,02 г/см^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Промывной раствор: смешивают 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, и 3 см^3 раствора молибденовокислого аммония.

Спирт бутиловый по ГОСТ 6006.

Оксид кремния (IV) по ГОСТ 9428.

Натрий кремнекислый 9-водный по [3].

Растворы кремния известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации кремния 0,0001 г/см^3 из кремнекислого натрия: навеску кремнекислого натрия массой 0,5056 г помещают в стакан из фторопласта или чашку из платины, растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора углекислого натрия, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и переливают в посуду из полиэтилена.

Раствор А массовой концентрации кремния 0,0001 г/см^3 из оксида кремния (IV): навеску оксида кремния (IV) массой 0,1070 г помещают в платиновый тигель, прибавляют 2 г углекислого натрия, перемешивают и сплавляют в муфельной печи при температуре 1000—1100 °С в течение 20—25 мин. Тигель охлаждают, ополаскивают снаружи водой, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 80—100 см^3 воды и растворяют расплав при температуре 60—70 °С. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3.

Раствор Б массовой концентрации кремния 0,000005 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 5 см^3 раствора А, доливают до метки водой и переливают в посуду из полиэтилена.

4.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в стаканы вместимостью 100 см^3 отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 см^3 раствора Б, приливают 70—80 см^3 воды и далее поступают, как указано в 4.4.2.

Масса кремния в растворах для градуировочного графика составляет 0,0000025; 0,0000050; 0,0000100; 0,0000200; 0,0000300 г.

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

4.4 Проведение анализа

4.4.1 В стакан или чашку из кварцевого стекла, стеклоуглерода или из фторопласта помещают навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Массовая доля кремния, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,0003 до 0,003 включ.	1,000	Весь раствор
Св. 0,003 » 0,010 »	1,000	25
» 0,010 » 0,050 »	0,500	10

Пробу растворяют при нагревании в 15—20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин и охлаждают.

При массовой доле кремния свыше 0,003 % раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и в стаканы вместимостью 100 $см^3$ отбирают аликвотную часть раствора объемом в соответствии с таблицей 1.

К раствору или его аликвотной части приливают 70—80 $см^3$ воды, устанавливают pH раствора в пределах 1,5—1,7 по pH-метру аммиаком, разбавленным 1:1, или серной кислотой, разбавленной 1:9. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, доливают воду до 100 $см^3$, приливают 6 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, выдерживают 10 мин, приливают 2 $см^3$ раствора лимонной кислоты, 5 $см^3$ бутилового спирта и перемешивают в течение 30 с. К раствору в воронке приливают 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, 15 $см^3$ бутилового спирта и экстрагируют в течение 1 мин. После расслоения фаз водную фазу сливают в другую делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, а органическую фазу переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, к водной фазе приливают 10 $см^3$ бутилового спирта и повторяют экстракцию. Экстракцию 10 $см^3$ бутилового спирта повторяют еще раз. Водную фазу отбрасывают, а органические фазы объединяют. К органической фазе приливают 50 $см^3$ промывного раствора и перемешивают, переворачивая воронку 20—25 раз. Водную фазу отбрасывают, а органическую переводят в сухую мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 2—3 капли раствора двухлористого олова и доливают до метки бутиловым спиртом.

4.4.2 Измеряют светопоглощение раствора на спектрофотометре при длине волны 810 или 610 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 590—630 нм, используя в качестве раствора сравнения бутиловый спирт и кюветы толщиной поглощающего слоя 3 см.

Массу кремния в растворе пробы находят по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю кремния X, %, вычисляют по формуле

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

где M_x — масса кремния в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса кремния 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 кремния	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
0,00030	0,00010	0,00012	0,00020	0,00014
0,00050	0,00015	0,00018	0,00030	0,00021
0,00100	0,00020	0,00024	0,00040	0,00028
0,0030	0,0005	0,0006	0,0009	0,0006
0,0050	0,0007	0,0009	0,0014	0,0010
0,0100	0,0015	0,0018	0,0030	0,0021
0,030	0,003	0,004	0,006	0,004
0,050	0,005	0,006	0,009	0,006

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)
[2] ТУ 6-09-5393—88 Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое)
[3] ТУ 6-09-5337—87 Натрий метасиликат 9-водный (натрий кремнекислый мета)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 66924/.25:543.06:006:354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
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. 0,50. Тираж 29 экз. Зак. 87. С 2579

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

gost.e-ecolog.ru