МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Общие требования к методам анализа

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 13047.1—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.1—81 в части раздела 1, ГОСТ 741.1—80 в части раздела 1

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

Общие требования к методам анализа

Nickel. Cobalt.
General requirements for methods of analysis

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам химического и атомно-абсорбционного анализа никеля и кобальта, требования безопасности при проведении анализа и распространяется на первичный никель по ГОСТ 849, никелевый порошок по ГОСТ 9722, кобальт по ГОСТ 123 и кобальтовый порошок по ГОСТ 9721.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.016—79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.002—75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.019—80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

Издание официальное

ГОСТ 6012—98 Никель. Методы химико-атомно-эмиссионного спектрального анализа
ГОСТ 8776—99 Кобальт. Методы химико-атомно-эмиссионного спектрального анализа
ГОСТ 9721—79 Порошок кобальтовый. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 13047.4—2002 Никель. Кобальт. Методы определения кобальта в никеле
ГОСТ 13047.5—2002 Никель. Кобальт. Методы определения никеля в кобальте
ГОСТ 13047.8—2002 Никель. Кобальт. Метод определения кремния
ГОСТ 13047.9—2002 Никель. Кобальт. Метод определения фосфора
ГОСТ 13047.10—2002 Никель. Кобальт. Методы определения меди
ГОСТ 13047.12—2002 Никель. Кобальт. Методы определения сурьмы
ГОСТ 13047.14—2002 Никель. Кобальт. Методы определения висмута
ГОСТ 13047.17—2002 Никель. Кобальт. Методы определения железа
ГОСТ 13047.18—2002 Никель. Кобальт. Методы определения мышьяка
ГОСТ 13047.21—2002 Никель. Кобальт. Методы определения марганца
ГОСТ 13047.22—2002 Никель. Кобальт. Методы определения таллия в никеле
ГОСТ 13047.25—2002 Никель. Кобальт. Методы определения селена в никеле
ГОСТ 23148—98 (ИСО 3954—77) Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб
ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 24231—80 Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа
ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа
СТ СЭВ 543—77 Числа. Правила записи и округления

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнениями.

3.2 Отбор и подготовку проб первичного никеля проводят по ГОСТ 24231 и ГОСТ 849, кобальта — по ГОСТ 24231 и ГОСТ 123, кобальтового и никелевого порошков — по ГОСТ 23148, ГОСТ 9721 и ГОСТ 9722.

3.3 Для взвешивания применяют лабораторные весы типа ВЛР-200 и лабораторные технические весы типа ВЛТ-500 по ГОСТ 24104. Допускаемая погрешность взвешивания установлена в стандартах на методы анализа путем указания разряда в числовом значении массы навески.

3.4 Для прокаливания и сплавления применяют муфельные лабораторные печи, обеспечивающие нагревание до температуры 1000 °С. Для высушивания применяют лабораторные сушильные печи, обеспечивающие нагревание до температуры 250 °С. Для растворения и выпаривания растворов применяют электрические плиты с закрытой спиралью, обеспечивающие нагревание до температуры 350 °С.

3.5 Термин «теплый» означает, что раствор должен иметь температуру 40—70 °С. Термин «охлаждают» означает, что раствор должен иметь температуру 15—25 °С.

3.6 Для измерения промежутков времени менее 5 мин применяют песочные часы и секундомеры, более 5 мин — таймеры и часы любого типа.

3.7 При выполнении анализа проб проводят два параллельных определения, а при разногласиях между поставщиком и потребителем в оценке химического состава продукции — три параллельных определения.

3.8 Условия хранения и использования растворов определяемых элементов с известной концентрацией — по ГОСТ 4212, если в стандартах на методы анализа не предусмотрены другие условия.

3.9 Для приготовления растворов элементов с известной концентрацией допускается использовать государственные стандартные образцы состава растворов ионов этих элементов.

3.10 При определении массовых долей элементов примесей через весь ход анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Контрольный опыт считают удовлетворительным, если значение его измеренной величины не превышает половины значения измеренной величины первой точки градуировочного графика, указанной в стандартах на методы анализа. В противном случае при выполнении анализа используют реактивы особой чистоты или дополнительно очищенные.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

В атомно-абсорбционных методах анализа контрольный опыт проводят с введением той же пробы никеля или кобальта, которую используют при приготовлении растворов для градуировки, масса которой равна массе навески анализируемой пробы.

Другие условия проведения контрольного опыта и его учета приведены в стандартах на методы анализа.

3.11 Для проб кобальта или никеля, используемых при приготовлении растворов для градуировки в атомно-абсорбционных методах анализа, проводят оценку содержания элементов примесей. Для этого используют ГОСТ 8776, ГОСТ 6012, спектрофотометрические методы, изложенные в ГОСТ 13047.4, ГОСТ 13047.5, ГОСТ 13047.8 — ГОСТ 13047.10, ГОСТ 13047.12, ГОСТ 13047.14, ГОСТ 13047.17, ГОСТ 13047.18, ГОСТ 13047.21, ГОСТ 13047.22, ГОСТ 13047.25, и метод добавок раствора известной концентрации определяемого элемента. Масса добавки элемента должна соответствовать массе этого элемента в первом растворе градуировочного графика, указанной в соответствующем стандарте на метод атомно-абсорбционного анализа.

При применении метода добавок пробы никеля и кобальта признают пригодными к использованию, если значение измеренной величины абсорбции для пробы без добавки не превышает половины значения измеренной величины абсорбции для пробы с добавкой. В противном случае пробы никеля и кобальта заменяют новыми.

3.12 При использовании спектрофотометрических методов анализа толщину поглощающего слоя кюветы подбирают таким образом, чтобы обеспечить проведение измерений в оптимальной области оптических плотностей для применяемого средства измерения.

3.13 При использовании атомно-абсорбционных методов анализа при условии достижения метрологических характеристик, указанных в стандартах на методы анализа, допускается:

- использовать для градуировки растворы с введением нескольких определяемых элементов;
- изменять диапазон определяемых элементов в растворах для градуировки при условии соблюдения его линейности;
- использовать при проведении измерений абсорбции другие резонансные спектральные линии;
- использовать автоматизированные системы построения градуировочных графиков, проводить измерения в автоматизированном режиме с выдачей результата анализа на печатающем устройстве автоматизированного спектрофотометра;
- последовательно определять несколько элементов из одной навески пробы после ее разложения и соответствующего разбавления раствора пробы таким образом, чтобы масса определяемого элемента в нем находилась в пределах его массы в растворах для градуировки.

3.14 Оперативный контроль сходимости результатов параллельных определений проводят по ГОСТ 25086 каждый раз при использовании метода анализа.

3.15 Оперативный контроль внутрилабораторной воспроизводимости результатов анализа проводят при неудовлетворительной сходимости результатов параллельных определений или при получении результата анализа вблизи границы его марочного содержания в пределах погрешности метода анализа, указанной в стандартах на методы анализа.

В качестве норматива при контроле воспроизводимости используют значения допускаемого расхождения результатов анализа D, полученные в разных условиях (разное время и исполнитель) в одной или разных лабораториях.

3.16 Оперативный контроль точности анализа проводят по ГОСТ 25086 при изменении алгоритма измерений или условий проведения анализа, при смене партий реактивов и растворов, после ремонта средств измерений, при проведении анализа пробы с разногласиями в оценке ее качества. В качестве норматива при контроле точности используют значение погрешности метода анализа.

3.17 Значения погрешности метода анализа и нормативы оперативного контроля указаны в стандартах на методы анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$. Для промежуточных значений массовых долей элементов значения метрологических характеристик находят методом линейной интерполяции.

Погрешность метода определения никеля и кобальта с применением расчетного метода $\Delta_{р.м}$, %, вычисляют по формуле

$$\Delta_{р.м} = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} \Delta_i^2}, \qquad (1)$$

где $\Delta_{р.м}$ — погрешность определения массовой доли никеля или кобальта расчетным методом, %;

i — определяемые примеси;

n — число определяемых примесей;

Δ_i — погрешность определения массовой доли примеси, %.

3.18 Значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности метода анализа, указанное в стандартах на методы анализа.

При составлении документа о качестве продукции на основании результатов анализа допускается значение результата испытаний химического состава представлять с тем же количеством значащих цифр, что и в таблицах химического состава в стандартах на продукцию.

3.19 Правила округления чисел должны соответствовать требованиям СТ СЭВ 543.

4 Требования безопасности

4.1 Химический анализ никеля и кобальта следует проводить в соответствии с нормативными документами по безопасному ведению работ в лабораториях аналитического контроля, утвержденными в установленном порядке на предприятии.

4.2 Все работы следует проводить на приборах и электроустановках, соответствующих требованиям ГОСТ 12.2.007.0 и [1].

4.3 При эксплуатации приборов и электроустановок необходимо соблюдать требования ГОСТ 12.3.019 и [2], [3].

4.4 Все приборы и электроустановки должны быть снабжены устройствами для заземления в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.030. Заземление должно соответствовать требованиям [1].

4.5 Помещения лаборатории должны иметь общеобменную приточно-вытяжную вентиляцию по ГОСТ 12.4.021.

4.6 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, [4] и иметь средства огнетушения согласно ГОСТ 12.4.009.

4.7 При работе с горючими и взрывоопасными газами следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.010, ГОСТ 12.1.004 и [5]. При использовании газов в баллонах следует соблюдать требования [6].

4.8 При проведении химического анализа никеля, кобальта и их порошков используют реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека: кислоты, щелочи и органические растворители. Предельно допустимые концентрации их в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

Хранение и использование реактивов и других материалов, обладающих опасными и вредными свойствами, должны соответствовать требованиям, регламентированным в нормативных документах на эти вещества и материалы.

4.9 Контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.016.

4.10 Утилизацию, обезвреживание и уничтожение вредных отходов от производства анализов следует проводить в соответствии с [7].

4.11 Организация обучения работающего персонала безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.12 Требования к профессиональному отбору и проверке знаний работающего персонала — по ГОСТ 12.3.002.

4.13 Персонал лаборатории должен быть обеспечен бытовыми помещениями по группе производственных процессов IIIа согласно [8].

4.14 Персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты по [9].

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1]	Правила устройства электроустановок, утвержденные Главгосэнергонадзором, 1985, 6-е изд.
[2]*	Правила эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденные Главгосэнергонадзором России 31.03.92, 5-е изд.
[3]	Правила техники безопасности при эксплуатации установок потребителей, утвержденные Главгосэнергонадзором 21.12.84, 4-е изд.
[4] ППБ-1—93*	Правила пожарной безопасности в Российской Федерации, утвержденные МВД России, 16.12.93
[5]*	Правила безопасности в газовом хозяйстве, утвержденные Постановлением Госпроматомнадзора СССР 26.12.90 и Госгортехнадзором РФ 11.02.92
[6]	Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР 27.11.87
[7]	Порядок накопления, транспортировки, обезвреживания и захоронения токсических отходов, утвержденный Минздравом СССР, 1985, № 31-83-84
[8] СН и П 2.09.04—87	Административные и бытовые здания
[9]	Типовые отраслевые нормы бесплатной выдачи рабочим и служащим специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты, утвержденные Постановлением Госкомтруда СССР и Президиумом ВЦСПС от 01.08.79 № 344/П-7 и дополненным 21.08.85 № 289/П-8

* 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, общие требования, реактив, раствор, требования безопасности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 10.03.2006. Формат 60 × 84$^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,65. Тираж 39 экз. Зак. 80. С 2572

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

gost.e-ecolog.ru