МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения меди

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 13047.10—2002 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.7—81, ГОСТ 741.4—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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения меди

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of copper

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди при массовой доле от 0,0002 % до 2,0 % в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722, кобальте по ГОСТ 123 и кобальтовом порошке по ГОСТ 9721.

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 859—2001 Медь. Марки
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 5845—79 Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 9721—79 Порошок кобальтовый. 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 20015—88 Хлороформ. 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 выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 435 нм раствора комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом, экстрагируемого хлороформом при pH 3—4.

Издание официальное

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 420—450 нм.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или при необходимости по ГОСТ 24147, разбавленный 1:1, 1:9.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

Свинца диэтилдитиокарбамат по [1], раствор массовой концентрации 0,0001 г/см^3 в хлороформе.

Бумага индикаторная универсальная по [2].

Хлороформ по ГОСТ 20015 или фармакопейный по [3].

Медь по ГОСТ 859.

Растворы меди известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации меди 0,001 г/см^3: в стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску меди массой 1,0000 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации меди 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 меди 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б и доливают до метки водой.

Раствор Г массовой концентрации меди 0,000005 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 200 см^3 отбирают 10 см^3 раствора Б и доливают до метки водой.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей меди не более 0,03 % в делительную воронку вместимостью 100 см^3 последовательно отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см^3 раствора Г, приливают 50—60 см^3 воды и далее поступают, как указано в 4.4.2 и 4.4.4.

Масса меди в растворах для градуировки 1 составляет 0,0000025; 0,0000050; 0,0000100; 0,0000200; 0,0000300; 0,0000400 г.

По значениям светопоглощения растворов и соответствующим им массам меди строят градуировочный график 1 с учетом значения светопоглощения раствора, подготовленного без введения раствора меди.

4.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей меди свыше 0,03 % в делительную воронку вместимостью 100 см^3 последовательно отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см^3 раствора В, приливают 50—60 см^3 воды, добавляют по каплям азотную кислоту, разбавленную 1:9, или аммиак, разбавленный 1:1, до получения pH раствора в пределах 3—4 по универсальной индикаторной бумаге и далее поступают, как указано в 4.4.2 и 4.4.4.

Масса меди в растворах для градуировки 2 составляет 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00005; 0,00007; 0,00010 г.

По значениям светопоглощения растворов и соответствующим им массам меди строят градуировочный график 2 с учетом значения светопоглощения раствора, подготовленного без введения раствора меди.

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 меди, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см^3	Номер градуировочного графика
От 0,0002 до 0,0020 включ.	2,000	Весь раствор	1
Св. 0,002 » 0,008 »	0,500	То же	1
» 0,008 » 0,030 »	0,500	25	1
» 0,03 » 0,10 »	0,500	10	2
» 0,1 » 0,3 »	0,500	5	2
» 0,3 » 0,8 »	0,500	10/100/10	2
» 0,8 » 2,0 »	0,500	10/100/5	2

К навеске пробы приливают 20—40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 5—10 см^3, приливают 20 см^3 воды.

При массовой доле меди не более 0,008 % раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3.

При массовой доле меди свыше 0,008 % до 0,15 % раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и отбирают аликвотную часть объемом в соответствии с таблицей 1 в делительную воронку вместимостью 100 см^3.

Допускается проводить другие разбавления растворов при условии, что масса меди в растворе, помещенном в делительную воронку, будет находиться в пределах масс меди в растворах градуировочных графиков, указанных в 4.3.

4.4.2 Раствор в делительной воронке доливают водой до 50 см^3, добавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1, или азотную кислоту, разбавленную 1:9, до получения pH раствора в пределах от 3 до 4 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 10 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают воронку 2 мин.

Органическую фазу сливают через воронку с ватой, промытой хлороформом, в мерную колбу вместимостью 25 см^3. К водной фазе приливают 5 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают воронку 1 мин.

Органическую фазу присоединяют к раствору в мерной колбе, из водной фазы повторяют экстракцию 5 см^3 диэтилдитиокарбамата свинца в течение 30 с. Экстракцию повторяют до получения бесцветной органической фазы, сливая органические фазы в ту же мерную колбу, и измеряют светопоглощение раствора, как указано в 4.4.4.

4.4.3 При анализе кобальта с массовой долей меди не более 0,001 % органические фазы после экстракции меди диэтилдитиокарбаматом свинца собирают в фарфоровую чашку или стакан вместимостью 100 см^3 и выпаривают досуха на водяной бане.

Сухой остаток обрабатывают 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и снова выпаривают досуха. Соли растворяют в 3—5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:9, раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, доливают водой до 50 см^3 и далее проводят повторную экстракцию, как указано в 4.4.2.

4.4.4 Раствор в мерной колбе доливают до метки хлороформом. Через 10 мин измеряют светопоглощение раствора на спектрофотометре при длине волны 435 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 420—450 нм, используя в качестве раствора сравнения хлороформ.

Массу меди в растворе пробы находят по соответствующему градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса меди в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса меди 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 меди	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	0,00004	0,00005	0,00008	0,00006
0,00050	0,00007	0,00009	0,00014	0,00010
0,00100	0,00015	0,00020	0,00030	0,00020
0,0030	0,0004	0,0005	0,0008	0,0006

Окончание таблицы 2

Массовая доля меди	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
0,0050	0,0006	0,0007	0,0011	0,0008
0,0100	0,0012	0,0015	0,0020	0,0015
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	0,020
0,50	0,02	0,03	0,04	0,03
1,00	0,05	0,06	0,08	0,06
2,00	0,07	0,08	0,14	0,10

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 324,7 нм резонансного излучения атомами меди, 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 меди.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [4] 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 меди не более 0,0002 %.

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

Медь по ГОСТ 859.

Растворы меди известной концентрации.

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

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

Раствор В массовой концентрации меди 0,00001 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 меди не более 0,0020 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 5,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартных образцов состава никеля и кобальта с установленной массовой долей меди. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт. Навески проб растворяют при нагревании в 50—60 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин. 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 водой. Растворы выпаривают до объема 15—20 см^3, приливают 50—60 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор меди не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса меди в растворах для градуировки составляет 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010 г.

5.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей меди от 0,002 % до 0,010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 3,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартных образцов состава никеля и кобальта с установленной массовой долей меди. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески проб растворяют, как указано в 5.3.1, переводят растворы в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и 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 меди не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

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

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

Навески проб растворяют в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, как указано в 5.3.1, переводят растворы в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и 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 меди не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса меди в растворах для градуировки указана в 5.3.2.

5.3.4 Для градуировочного графика 4 при определении массовых долей меди от 0,05 % до 0,50 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 10 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного, как указано в 5.3.3, и 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 меди не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса меди в растворах для градуировки указана в 5.3.2.

5.3.5 Для градуировочного графика 5 при определении массовых долей меди свыше 0,50 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают 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 меди не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса меди в растворах для градуировки указана в 5.3.2.

5.4 Проведение анализа

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 меди, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см^3	Номер градуировочного графика
От 0,0002 до 0,0020 включ.	5,000	Весь раствор	1
Св. 0,0020 » 0,010 »	3,000	То же	2
» 0,010 » 0,05 »	1,000	»	3
» 0,05 » 0,50 »	1,000	10	4
» 0,50 » 2,00 »	1,000	10/100/20	5

Навеску пробы массой 3,000—5,000 г растворяют при нагревании в 50—60 см^3, а массой 1,000 — в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор соответственно до объема 15—20 см^3 или 5—7 см^3, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доливают до метки водой.

При массовой доле меди свыше 0,050 % в соответствии с таблицей 3 проводят разбавление раствора пробы азотной кислотой, разбавленной 1:19 в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 324,7 нм и ширине щели не более 0,4 нм не менее двух раз, последовательно вводя их в пламя, периодически 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 меди строят градуировочные графики.

По значениям абсорбции раствора пробы находят массу меди по соответствующему градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{M_1}{M} K\,100, \qquad (2)$$

где M_1 — масса меди в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы.

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 6-09-3901—75 Свинца (II) диэтилдитиокарбамат
[2] ТУ 6-09-1181—89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1—10 и 7—14
[3] ГФ X, статья 160 Хлороформ фармакопейный
[4] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.56.06:006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, кобальт, медь, 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. 0,85. Тираж 29 экз. Зак. 89. С 2581

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

gost.e-ecolog.ru