МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.4— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения кобальта в никеле

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июня 2015 г. № 816-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.4—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.4—2002

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения кобальта в никеле

Nickel. Cobalt. Methods for determination of cobalt in nickel

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения кобальта (при массовой доле кобальта от 0,0010 % до 1,0 %) в первичном никеле по ГОСТ 849 и никелевом порошке по ГОСТ 9722. В качестве арбитражного метода используется атомно-абсорбционный метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. 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—2014 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 27067—86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа, качеству используемой дистиллированной воды и лабораторной посуды и требования безопасности при проведении работ — по ГОСТ 13047.1.

Издание официальное

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 500 нм раствора комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью после предварительной экстракции его соединений с роданидом аммония и диантипирилметаном.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 490 до 540 нм.

pH-метр (иономер), обеспечивающий проведение измерений в диапазоне pH 5—6.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 14261, раствор молярной концентрации 5 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая фармакопейная по [1], раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, разбавленная 1:1, и раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм^3.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 0,4 г/см^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 0,5 г/см^3 и раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм^3.

Буферный раствор готовят следующим образом: смешивают 150 см^3 раствора уксусной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3 и 850 см^3 раствора уксуснокислого натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм^3, приливают уксусную кислоту, разбавленную 1:1, или раствор уксуснокислого натрия массовой концентрации 0,5 г/см^3 до получения pH раствора в диапазоне 5,2—5,4.

Диантипирилметан по [2], раствор массовой концентрации 0,02 г/см^3 в хлороформе.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или [3].

Нитрозо-Р-соль по [4], раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3.

Кобальт по ГОСТ 123.

Растворы кобальта известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации кобальта 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску кобальта массой 1,000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 25 до 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, упаривают раствор до объема от 7 до 10 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, охлаждают, приливают 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации кобальта 0,0001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора А, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор В массовой концентрации кобальта 0,00001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора Б, приливают 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в стаканы или колбы вместимостью 100 см^3 переносят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 раствора В, приливают 0,5 см^3 уксусной кислоты, разбавленной 1:1, далее проводят анализ в соответствии с 4.4.2.

Масса кобальта в градуировочных растворах составляет 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,00010 г.

По полученным значениям светопоглощения градуировочных растворов и соответствующим им массам кобальта строят градуировочный график с учетом светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора, содержащего кобальт.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой в зависимости от массовой доли кобальта в соответствии с таблицей 1 помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, раствор упаривают до объема от 7 до 10 см^3.

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей кобальта, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,001 до 0,010 включ.	1,000	Весь раствор
Св. 0,01 » 0,10 »	1,000	10
» 0,1 » 1,0 »	0,200	5

При массовой доле кобальта свыше 0,01 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и переносят в стакан вместимостью 100 или 150 $см^3$ аликвотную часть раствора объемом в соответствии с таблицей 1.

К раствору или его аликвотной части приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют. К сухому остатку приливают 5 $см^3$ соляной кислоты молярной концентрации 5 моль/$дм^3$, 5 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают до растворения солей и охлаждают.

Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, выдерживают от 1 до 2 мин, приливают 10 $см^3$ раствора роданистого аммония, дистиллированной воды до объема 50 $см^3$, 10 $см^3$ раствора диантипирилметана и экстрагируют 1 мин. После расслоения раствора органическую фазу сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, а к водной фазе приливают 10 $см^3$ раствора диантипирилметана и повторяют экстракцию 1 мин. Водную фазу отбрасывают, а органические фазы объединяют.

К органической фазе приливают 15 $см^3$ буферного раствора и встряхивают воронку 1 мин. Органическую фазу сливают в другую делительную воронку, водную фазу сливают в стакан или колбу вместимостью 100 $см^3$. К органической фазе вновь приливают 15 $см^3$ буферного раствора и встряхивают делительную воронку 1 мин. Органическую фазу отбрасывают, а водные фазы объединяют.

К водной фазе приливают 0,5 $см^3$ уксусной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до объема от 10 до 15 $см^3$.

4.4.2 К раствору приливают 5 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия массовой концентрации 0,5 г/$см^3$, кипятят 2—3 мин, приливают 10 $см^3$ раствора нитрозо-Р-соли, кипятят 2—3 мин, приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 1 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

Светопоглощение раствора пробы и контрольного опыта измеряют через 25—30 мин на спектрофотометре при длине волны 500 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 490 до 540 нм. В качестве раствора сравнения используют раствор, приготовленный в соответствии с 4.3, без введения раствора, содержащего кобальт.

По значению светопоглощения раствора пробы находят массу кобальта по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{(M_X - M_K)}{M} \cdot 100, \qquad (1)$$

где M_X — масса кобальта в растворе пробы, г;

M_K — масса кобальта в растворе контрольного опыта, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля прецизионности (пределы повторяемости и воспроизводимости) и показатель контроля точности (расширенная неопределенность) результатов анализа приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Нормативы контроля прецизионности (пределы повторяемости и воспроизводимости) и показатель контроля точности (расширенная неопределенность) результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Массовая доля кобальта	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа) R	Расширенная неопределенность U ($k = 2$)
0,0010	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003
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
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	0,021
0,50	0,02	0,03	0,04	0,03
1,00	0,04	0,05	0,08	0,06

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 240,7 нм резонансного излучения атомами кобальта, образующимися в результате пламенной атомизации при распылении раствора анализируемой пробы в пламени ацетилен-воздух.

5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий проведение измерений в пламени ацетилен-воздух.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии кобальта.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [5] или другие фильтры средней плотности.

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

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей кобальта не более 0,001 %.

Кобальт по ГОСТ 123.

Растворы кобальта известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации кобальта 0,001 г/см^3 по 4.2.

Раствор Б массовой концентрации кобальта 0,0001 г/см^3 по 4.2.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли кобальта не более 0,010 % навеску никелевого порошка или стандартного образца состава никеля массой 5,000 г помещают в стаканы или колбу вместимостью 250 см^3. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навеску никелевого порошка или стандартного образца состава никеля растворяют при нагревании в объеме от 50 до 60 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через фильтр (красная или белая лента), предварительно промытый два-три раза азотной кислотой, разбавленной 1:9. Фильтр промывают два-три раза горячей дистиллированной водой. Раствор упаривают до объема от 10 до 15 см^3, приливают от 40 до 50 см^3 дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

В колбы переносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий кобальт не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.2.

Масса кобальта в градуировочных растворах составляет 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040 и 0,00050 г.

5.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли кобальта от 0,01 до 0,05 % навеску никелевого порошка или стандартного образца состава никеля массой 1,000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навеску никелевого порошка или стандартного образца растворяют при нагревании в 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и поступают в соответствии с 5.3.1.

Масса кобальта в градуировочных растворах приведена в 5.3.1.

5.3.3 Для построения градуировочного графика 3 при определении массовой доли кобальта свыше 0,05 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят по 10 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного по 5.3.2, приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий кобальт не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.2.

Масса кобальта в градуировочных растворах указана в 5.3.1.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Навеску пробы массой в зависимости от массовой доли кобальта в соответствии с таблицей 3 помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3.

Таблица 3 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей кобальта, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора пробы, см^3	Номер градуировочного графика
От 0,001 до 0,010 включ.	5,000	Весь раствор	1
Св. 0,01 » 0,05 »	1,000	То же	2
» 0,05 » 0,50 »	1,000	10	3
» 0,5 » 1,0 »	0,500	5	3

Навеску пробы массой 5,000 г растворяют при нагревании в объеме от 50 до 60 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, а массой 0,500 или 1,000 г — в объеме от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от 15 до 20 см^3 или от 5 до 7 см^3, приливают от 40 до 50 см^3 дистиллированной воды, нагревают до кипения и охлаждают. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

При массовой доле кобальта свыше 0,05 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят аликвотную часть раствора объемом в соответствии с таблицей 3 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

5.4.2 Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 240,7 нм, ширине щели не более 1,0 нм измеряют не менее двух раз, последовательно распыляя их в пламени ацетилен-воздух, промывают распылительную систему дистиллированной водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный в соответствии с 5.3.

По полученным значениям абсорбции градуировочных растворов и соответствующим им массам кобальта строят градуировочные графики.

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса кобальта в растворе пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

5.6 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля прецизионности (пределы повторяемости и воспроизводимости) и показатель контроля точности (расширенная неопределенность) результатов анализа приведены в таблице 2.

Библиография

[1] ФС 42-2662—89 (Регистр лекарственных средств в России, М.,1993, Инфармхим) — Аскорбиновая кислота фармакопейная

[2] ТУ 6-09-57-33—89 — Диантипирилметан

[3] ГФ X, статья 160 — Хлороформ фармакопейный

[4] ТУ 6-09-5320—86 — Нитрозо-Р-соль

[5] 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

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

Редактор *Г.В. Зотова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 16.09.2015. Подписано в печать 29.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 37 экз. Зак. 3175.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru