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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.7— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения серы

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 13047.7—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.7—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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования и требования безопасности 2
4 Спектрофотометрический метод 2
5 Метод инфракрасной спектрометрии 4
Библиография 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения серы

Nickel. Cobalt. Methods for determination of sulphur

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод (при массовой доле серы от 0,0003 % до 0,0050 %) и метод инфракрасной спектрометрии (при массовой доле серы от 0,0001 % до 0,050 %) определения серы в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123. В качестве арбитражного метода используется метод инфракрасной спектрометрии.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 200—76 Реактивы. Натрий фосфорноватистокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4200—77 Реактивы. Кислота йодистоводородная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4236—77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13047.1—2014 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 13498—79 Платина и платиновые сплавы. Марки

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

Издание официальное

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.

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 400 нм коллоидного раствора сульфида свинца, образующегося после дистилляции сероводорода из восстановительной смеси гипофосфита натрия и йодистоводородной кислоты.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 390 до 410 нм.

Установка для дистилляции сероводорода, состоящая из реакционной колбы, стеклянной трубки для подачи азота, двух приемников, соединительных трубок на шлифах, отводной трубки и колбонагревателя.

Азот газообразный по ГОСТ 9293 или аргон газообразный по ГОСТ 10157.

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, разбавленная 1:1, 1:9 и 1:10.

Кислота йодистоводородная по ГОСТ 4200.

Кислота лимонная моногидрат по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрации 0,02 г/см^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, при необходимости по ГОСТ 24147, разбавленный 1:2.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, высушенный при температуре от 95 °С до 105 °С в течение 3—4 ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий фосфорноватистокислый 1-водный (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200.

Свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236, раствор массовой концентрации 0,05 г/см^3 в растворе лимонной кислоты.

Смесь восстановительную готовят следующим образом: навеску гипофосфита натрия массой 120 г помещают в трехгорлую колбу вместимостью 1000 см^3, снабженную обратным холодильником, приливают 200 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 400 см^3 йодистоводородной кислоты и кипятят 5—6 ч, пропуская через раствор поток азота или аргона со скоростью 60—80 пузырьков в минуту. Смесь хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

Платина по ГОСТ 13498.

Раствор массовой концентрации платины 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску платины массой 0,100 г помещают в стакан вместимостью 100 или 150 см^3, приливают 5 см^3 азотной кислоты, 15 см^3 соляной кислоты, растворяют при нагревании, выпаривают досуха, к сухому остатку добавляют 5 см^3 соляной кислоты, 0,1 г хлористого натрия и выпаривают досуха. Обработку 5 см^3 соляной кислоты повторяют четыре раза, сухой остаток растворяют в 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор массовой концентрации платины 0,00004 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 4 см^3 раствора массовой концентрации платины 0,001 г/см^3 и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9.

Растворы серы известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации серы 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску сернокислого натрия массой 4,4304 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 50 до 60 см^3 дистиллированной воды, растворяют при нагревании, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

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

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

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Перед проведением анализа установку для дистилляции сероводорода очищают. Для этого в реакционную колбу приливают 7—8 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 30 см^3 восстановительной смеси, присоединяют колбу к приемникам, в которые предварительно введено: в первый — от 7 до 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:10, во второй — 15 см^3 аммиака, разбавленного 1:2. Второй приемник помещают в емкость, заполненную измельченным льдом. Устанавливают поток азота или аргона со скоростью 60—80 пузырьков в мин. Нагревают раствор в реакционной колбе до кипения и кипятят 30—35 мин. Растворы из приемников отбрасывают.

4.3.2 Для построения градуировочного графика в реакционную колбу последовательно приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора серы В, 6—8 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 30 см^3 восстановительной смеси и проводят отгонку в соответствии с 4.4.

При построении градуировочного графика допускается проводить не более четырех процессов отгонки без добавления восстановительной смеси. Для этого в реакционную колбу приливают 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 80 см^3 восстановительной смеси, приливают раствор серы В и проводят отгонку в соответствии с 4.4.

Масса серы в градуировочных растворах составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000030; 0,000040 и 0,000050 г.

По значениям светопоглощения градуировочных растворов и соответствующим им массам серы строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора, содержащего серу.

4.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 2,000 г (при массовой доле серы не более 0,002 %) и массой 1,000 г (при массовой доле серы свыше 0,002 %) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 1 см^3 раствора массовой концентрации платины 0,00004 г/см^3, растворяют при нагревании, прибавляют 7—10 раз пероксид водорода по 0,5—1,0 см^3, не допуская бурного кипения. Упаривают раствор до объема 5—10 см^3, охлаждают, переносят в реакционную колбу, ополаскивают стакан, в котором проводилось растворение, приливают 15 см^3 восстановительной смеси, 15 см^3 дистиллированной воды и 15 см^3 восстановительной смеси.

Реакционную колбу присоединяют к двум приемникам, в которые предварительно приливают: в первый — от 7 до 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:9, во второй — 15 см^3 аммиака, разбавленного 1:2. Второй приемник помещают в емкость, заполненную измельченным льдом. Устанавливают поток азота или аргона со скоростью 60—80 пузырьков в мин. Раствор нагревают до кипения и кипятят 30—35 мин.

Раствор из второго приемника переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают 2 см^3 раствора азотнокислого свинца, доводят до метки аммиаком, разбавленным 1:2, и перемешивают. Светопоглощение раствора измеряют через 5—10 мин на спектрофотометре при длине волны 400 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 390 до 420 нм.

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса серы в растворе пробы, г;

M_K — масса серы в растворе контрольного опыта, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности 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 1.

Таблица 1 — 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 серы	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 ($k = 2$)
0,0003	0,0001	0,0001	0,0002	0,0001
0,0005	0,0002	0,0002	0,0003	0,0002
0,0010	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003
0,0030	0,0004	0,0005	0,0008	0,0006
0,0040	0,0006	0,0008	0,0012	0,0008
0,0050	0,0008	0,0010	0,0014	0,0010

5 Метод инфракрасной спектрометрии

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения инфракрасного излучения молекулами оксида серы (IV) после выделения его из металла в результате сжигания в индукционной высокочастотной печи в потоке кислорода в присутствии плавня.

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

Анализатор серы, основанный на принципе инфракрасной спектрометрии с индукционной высокочастотной печью и весами для учета массы навески пробы.

Тигли огнеупорные керамические, прокаленные при температуре от 1100 °С до 1200 °С в течение 3—4 ч.

Плавни: плавни, предоставленные фирмой-изготовителем, в комплекте с анализатором серы, вольфрам по [1], железо карбонильное по [2] и другие вещества, обеспечивающие сжигание пробы, и результаты контрольного опыта в соответствии с 5.3.

Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315 состава никеля, например [3], кобальта, например [4], или сплавов на основе никеля, кобальта или железа с аттестованной массовой долей серы.

5.3 Подготовка к анализу

Подготовку анализатора к работе и его градуировку проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Для построения градуировочного графика используют стандартные образцы состава никеля, кобальта или сплавов на основе никеля, кобальта или железа.

Навеску плавня такой массой, какую используют при анализе проб, помещают для проведения контрольного опыта в тигель и проводят анализ в соответствии с 5.4.

Допускается для введения плавня применять дозирующие приспособления.

Результат контрольного опыта считают удовлетворительным, если показание массовой доли серы на цифровом табло анализатора не превышает значения показателя контроля точности (расширенной неопределенности) метода анализа, указанного в 5.6 для определяемой массовой доли серы.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой от 0,200 до 1,000 г помещают в тигель, добавляют плавень, масса которого должна быть одинаковой при проведении контрольного опыта, градуировки и анализа, и проводят анализ в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

5.5 Обработка результатов анализа

Результат измерения массовой доли серы в процентах с учетом значения контрольного опыта выводится на дисплей или принтер анализатора.

5.6 Контроль точности 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

Диапазон массовых долей серы	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)
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00008	0,00009	0,00010	0,00009
Св. 0,00030 » 0,00050 »	0,00025	0,00026	0,00030	0,00026
» 0,00050 » 0,00100 »	0,00038	0,00044	0,00050	0,00044
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0009	0,0010	0,0009
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0011	0,0013	0,0015	0,0011
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0013	0,0016	0,0018	0,0014
» 0,0100 » 0,030 »	0,0028	0,0035	0,0040	0,0027
» 0,030 » 0,050 »	0,005	0,006	0,007	0,005

Библиография

[1] ТУ 48-19-30—91 Штабики вольфрамовые сварные
[2] ТУ 6-09-05808009-262–92* Железо карбонильное ОСЧ 13-2, ОСЧ 6-2
[3] ГСО 8346—2003 СО состава никеля (комплект VSNT1)
[4] ГСО 8691—2005

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40

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

Редактор *Г.И. Зотова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.09.2015. Подписано в печать 08.10.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 34 экз. Зак. 3251.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru nfo@gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru