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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.8— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения кремния

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 13047.8—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.8—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

Метод определения кремния

Nickel. Cobalt.
Method for determination of silicon

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,00030 % до 0,050 %) в первичном никеле по ГОСТ 849 и кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 123—2008 Кобальт. 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 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия
ГОСТ 9428—73 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 3047.1—2014 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

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.

Издание официальное

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 610 или 810 нм раствора комплексного кремнемолибденового соединения, восстановленного двухлористым оловом, после предварительного экстракционного извлечения бутиловым спиртом из азотнокислой среды.

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

Спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 590 до 620 нм или от 800 до 820 нм, или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 590 до 630 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, при необходимости очищенная перегонкой, или 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, при необходимости очищенный, или 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.

Аммоний молибденовокислый перекристаллизованный готовят следующим образом: навеску молибденовокислого аммония массой 70,0 г помещают в стакан вместимостью 600 или 1000 см^3, приливают 400 см^3 дистиллированной воды, растворяют при нагревании от 70 °С до 80 °С, фильтруют через фильтр (белая или синяя лента), нагревают и фильтруют еще раз. 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 два-три раза этиловым спиртом 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 готовят следующим образом: смешивают 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, и 3 см^3 раствора молибденовокислого аммония.

Бутанол-1 (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 готовят следующим образом: навеску кремнекислого натрия массой 0,5056 г помещают в платиновую чашку или фторопластовый стакан, растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора углекислого натрия, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и переливают в полиэтиленовую емкость.

Раствор А массовой концентрации кремния 0,0001 г/см^3 из оксида кремния (IV) готовят следующим образом: навеску оксида кремния (IV) массой 0,1070 г помещают в платиновый тигель, добавляют 2 г углекислого натрия, перемешивают и сплавляют в муфельной печи при температуре от 1000 °С до 1100 °С в течение 20—25 мин. Тигель охлаждают, ополаскивают снаружи дистиллированной водой, помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 80 до 100 см^3 дистиллированной воды и растворяют содержимое тигля при температуре от 60 °С до 70 °С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и переливают в полиэтиленовую емкость.

Раствор Б массовой концентрации кремния 0,000005 г/см³ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 м³ переносят 5 см³ раствора А, доводят до метки дистиллированной водой и переливают в полиэтиленовую емкость.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 100 см³ переносят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ раствора Б, приливают от 70 до 80 см³ дистиллированной воды и измеряют светопоглощение градуировочных растворов в соответствии с 4.4.2.

Масса кремния в градуировочных растворах составляет 0,0000025; 0,0000050; 0,0000100; 0,0000200 и 0,0000300 г.

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

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой в зависимости от массовой доли кремния в соответствии с таблицей 1 помещают в стакан или чашку из кварцевого стекла, стеклоуглерода или фторопласта.

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей кремния, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора пробы, см³
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

Навеску пробы растворяют при нагревании в объеме от 15 до 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин и охлаждают.

При массовой доле кремния свыше 0,003 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и аликвотную часть раствора объемом в соответствии с таблицей 1 переносят в стаканы вместимостью 100 см³.

К раствору или его аликвотной части приливают от 70 до 80 см³ дистиллированной воды, устанавливают pH раствора в диапазоне от 1,5 до 1,7 аммиаком, разбавленным 1:1, или серной кислотой, разбавленной 1:9.

Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³, приливают до объема 100 см³ дистиллированной воды, 6 см³ раствора молибденовокислого аммония, выдерживают 10 мин, приливают 2 см³ раствора лимонной кислоты, 5 см³ бутилового спирта и перемешивают в течение 30 с. К раствору в делительной воронке приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2, 15 см³ бутилового спирта и экстрагируют 1 мин. После расслоения фаз водную фазу сливают в чистую делительную воронку вместимостью 250 см³, а органическую фазу переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, к водной фазе приливают 10 см³ бутилового спирта и повторяют экстракцию. Экстракцию 10 см³ бутилового спирта повторяют еще раз. После расслоения фаз водную фазу отбрасывают, а органические фазы объединяют.

К объединенной органической фазе приливают 50 см³ промывного раствора и перемешивают, переворачивая воронку 20—25 раз. Водную фазу отбрасывают, а органическую фазу переносят в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют две-три капли раствора двухлористого олова и доводят до метки бутиловым спиртом.

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

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

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю кремния в пробе X %, вычисляют по формуле

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

где M_X — масса кремния в растворе пробы, г;

M_K — масса кремния 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 кремния	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 ($k = 2$)
0,00030	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

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 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40

Ключевые слова: никель, кобальт, кремний, 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 *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.09.2015. Подписано в печать 02.10.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 34 экз. Зак. 3194.

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

gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru