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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.12— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения сурьмы

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	Минэкономразвития 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 13047.12—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.12—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 сурьмы

Nickel. Cobalt. Methods for determination of antimony

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,0001 % до 0,0020 %) в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123. В качестве арбитражного метода используется атомно-абсорбционный метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия
ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. 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

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 610 нм раствора комплексного соединения сурьмы с кристаллическим фиолетовым (индикатор) после предварительного экстракционного извлечения толуолом.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 580 до 620 нм.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 14261, разбавленная 3:1 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

Олово двухлористое по [1], раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3 в соляной кислоте, разбавленной 3:1.

Кристаллический фиолетовый (N,N,N',N',N'',N''-Гексаметилпарарозанилин; кристаллвиолет) по [2], раствор массовой концентрации 0,002 г/см^3.

Карбамид по ГОСТ 6691, раствор массовой концентрации 0,5 г/см^3.

Толуол по ГОСТ 5789, при необходимости очищенный перегонкой.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Растворы сурьмы известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации сурьмы 0,0001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску предварительно измельченной в порошок сурьмы массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, приливают от 15 до 20 см^3 серной кислоты, растворяют при нагревании, охлаждают, приливают от 200 до 250 см^3 дистиллированной воды, охлаждают, приливают 150 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации сурьмы 0,00001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора А и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1.

Раствор В массовой концентрации сурьмы 0,000001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора Б и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 100 или 150 см^3 переносят 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 и 20,0 см^3 раствора В, приливают до объема 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют две-три капли раствора двухлористого олова и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.2.

Масса сурьмы в градуировочных растворах составляет 0,000001; 0,000003; 0,000005; 0,000007; 0,000010 и 0,000020 г.

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

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой 1,000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, упаривают до объема от 5 до 10 см^3, охлаждают и приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют соли при нагревании и охлаждают раствор.

4.4.2 К раствору добавляют две-три капли раствора двухлористого олова, выдерживают 1 мин, приливают 2 см^3 раствора азотистокислого натрия, выдерживают 5 мин, приливают 25 см^3 дистиллированной воды, 2 см^3 раствора карбамида, перемешивают до прекращения выделения пузырьков газа и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Доводят дистиллированной водой до объема 130 см^3, приливают 1,0 см^3 раствора кристаллического фиолетового, 10 см^3 толуола и встряхивают

делительную воронку 30 с. Водную фазу переносят в другую делительную воронку вместимостью 250 см^3, а органическую фазу — в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Повторяют экстракцию толуолом, водную фазу отбрасывают, а органическую фазу переносят в мерную колбу.

Светопоглощение раствора пробы измеряют через 10—15 мин на спектрофотометре при длине волны 610 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 580 до 620 нм, используя в качестве раствора сравнения толуол.

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

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю сурьмы в пробе X %, вычисляют по формуле

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

где M_x — масса сурьмы в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса сурьмы 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 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 сурьмы	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)
0,00010	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00020	0,00008	0,00010	0,00016	0,00011
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
0,0020	0,0003	0,0004	0,0006	0,0004

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 217,7 нм резонансного излучения атомами сурьмы, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

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

Атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии сурьмы.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [3] 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.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей сурьмы не более 0,0001 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей сурьмы не более 0,0001 %.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Растворы сурьмы известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации сурьмы 0,0001 г/см^3 по 4.2.

Раствор Б массовой концентрации сурьмы 0,00001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора А и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор В массовой концентрации сурьмы 0,000001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора Б и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли сурьмы не более 0,0010 % навеску никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта 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 кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин. 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 5—7 см^3, приливают от 40 до 50 см^3 дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3.

В колбы переносят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 раствора В. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий сурьму, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса сурьмы в градуировочных растворах составляет 0,000001; 0,000002; 0,000004; 0,000006; 0,000008 и 0,000010 г.

5.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли сурьмы свыше 0,0010 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят по 20 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 5.3.1, приливают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 раствора В. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий сурьму, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса сурьмы в градуировочных растворах приведена в 5.3.1.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 1,000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, упаривают до объема 5—7 см^3, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

При массовой доле сурьмы свыше 0,0010 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят аликвотную часть раствора пробы объемом 20 см^3, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 217,6 мм, ширине щели не более 0,3 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона измеряют не менее двух раз, последовательно распыляя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрометра подбирают оптимальный объем раствора, вводимого в атомизатор, от 0,010 до 0,050 см^3 или оптимальное время аэрозольного распыления раствора от 5 до 50 с. 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.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрометра по градуировочным растворам. Рекомендуемые условия работы атомизатора приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	От 150 до 160 включ.	От 2 до 20 включ.
Озоление	» 600 » 900 »	» 10 » 20 »
Атомизация	» 2000 » 2100 »	» 4 » 5 »

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

По значению абсорбции раствора пробы находят массу сурьмы по градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{M_x K}{M} \cdot 100, \quad (2)$$

где M_x — масса сурьмы 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 3.

Таблица 3 — 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 сурьмы	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 ($k = 2$)
0,00010	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00020	0,00004	0,00005	0,00008	0,00006
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00012	0,00014	0,00024	0,00017
0,00200	0,00020	0,00024	0,00040	0,00028

Библиография

[1] ТУ 6-09-5393—88 Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое)

[2] ТУ 6-09-5924—89 Кристаллический фиолетовый

[3] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40

Ключевые слова: никель, кобальт, сурьма, 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 *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.09.2015. Подписано в печать 28.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 37 экз. Зак. 3168.

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

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

gost.e-ecolog.ru