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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.13— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения свинца

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и 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 (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации

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 13047.13—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.13—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 свинца

Nickel. Cobalt. Methods for determination of lead

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционные методы определения свинца (при массовой доле свинца от 0,0001 % до 0,010 %) в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123.

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 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4236—77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. 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 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 22861—93 Свинец высокой 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 Атомно-абсорбционный метод с электротермической атомизацией

4.1 Метод анализа

Метод анализа основан на измерении поглощения при длине волны 283,3 нм резонансного излучения атомами свинца, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

4.2 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 свинца.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [1] 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.

Свинец по ГОСТ 3778 или ГОСТ 22861.

Свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236.

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

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

Растворы свинца известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации свинца 0,001 г/см^3 из свинца готовят следующим образом: навеску свинца массой 0,5000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 30 до 40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают от 30 до 40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор А массовой концентрации свинца 0,001 г/см^3 из азотнокислого свинца готовят следующим образом: навеску азотнокислого свинца массой 1,5980 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 40 до 50 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают от 40 до 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации свинца 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 азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор В массовой концентрации свинца 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 азотной кислотой, разбавленной 1:19.

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

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли свинца 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. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через фильтр (красная или белая лента), предварительно промытый два-три раза азотной кислотой, разбавленной 1:9. Фильтры промывают два-три раза горячей дистиллированной водой. Растворы 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 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора Г. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий свинец, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 4.4.

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

4.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли свинца свыше 0,001 % в мерные колбы вместимостью 100 см³ переносят по 10 см³ раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 4.3.1, приливают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора Г. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий свинец, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 4.4.

Масса свинца в градуировочных растворах приведена в 4.3.1.

4.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 1,000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³, растворяют при нагревании в 15—20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от 5 до 7 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

При массовой доле свинца свыше 0,0010 % в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят аликвотную часть раствора объемом 10 см³, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 283,3 нм, ширине щели не более 1,0 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, вводимый в атомизатор, от 0,010 до 0,050 см³ или оптимальное время аэрозольного распыления 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 4.3.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрометра по градуировочным растворам.

Рекомендуемые условия работы атомизатора приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	От 150 до 200 включ.	От 2 до 15 включ.
Озоление	» 600 » 800 »	» 10 » 20 »
Атомизация	» 1800 » 2100 »	» 4 » 5 »

По значениям абсорбции градуировочных растворов и соответствующим им массам свинца строят градуировочный график.

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

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю свинца в пробе X, %, вычисляют по формуле:

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

где M_x — масса свинца в растворе пробы, 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 свинца	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
0,00030	0,00003	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00010	0,00012	0,00020	0,00015
0,0030	0,0004	0,0005	0,0007	0,0005
0,0050	0,0006	0,0007	0,0012	0,0008
0,0100	0,0010	0,0012	0,0020	0,0015

5 Атомно-абсорбционный метод с пламенной атомизацией (при массовой доле свинца от 0,002 % до 0,010 %)

5.1 Метод анализа

Метод анализа основан на измерении поглощения при длине волны 283,3 нм резонансного излучения атомами свинца, 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 свинца.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [1] 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 свинца не более 0,002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей свинца не более 0,002 %.

Свинец по ГОСТ 3778 или ГОСТ 22861.

Свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236.

Растворы свинца известной концентрации.

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

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

5.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика навеску никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта массой 3,000 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 25—30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтр (красная или белая лента), предварительно промытый два-три раза азотной кислотой, разбавленной 1:9. Фильтры промывают два-три раза горячей дистиллированной водой. Растворы упаривают до объема от 10 до 15 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 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ раствора Б. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий свинец, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

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

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 3,000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³, приливают от 25 до 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, упаривают до объема от 15 до 20 см³, приливают от 50 до 60 см³ дистиллированной воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 283,3 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 контрольного опыта, подготовленный в соответствии с 5.3.

По значениям абсорбции градуировочных растворов и соответствующим им массам свинца строят градуировочный график.

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса свинца в растворе пробы, г;

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] 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, свинец, химический анализ, массовая доля, средства измерений, раствор, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, нормативы контроля

Редактор *Г.В. Зотова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.11.2015. Подписано в печать 08.12.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 47 экз. Зак. 4024.

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

gost.e-ecolog.ru