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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.14— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения висмута

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 (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 13047.14—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.14—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 висмута

Nickel. Cobalt. Methods for determination of bismuth

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционные методы определения висмута (при массовой доле висмута от 0,0001 % до 0,010 %) 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 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. 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 10928—90 Висмут. Технические условия

ОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

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

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 (при массовой доле висмута от 0,0002 % до 0,001 %)

4.1 Метод анализа

Метод анализа основан на измерении светопоглощения при длине волны 540 нм раствора комплексного соединения висмута с ксиленоловым оранжевым после предварительной экстракции висмута в виде йодидного комплексного соединения изоамилацетатом.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 500 до 560 нм.

pH-метр (иономер), обеспечивающий проведение измерений в диапазоне pH от 1,4 до 1,5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, растворы молярной концентрации 1 моль/дм^3 и 0,03 моль/дм^3.

Раствор для реэкстракции готовят следующим образом: к азотной кислоте молярной концентрации 0,03 моль/дм^3 добавляют по каплям азотную кислоту молярной концентрации 1 моль/дм^3 до установления pH раствора в диапазоне от 1,4 до 1,5.

Кислота аскорбиновая фармакопейная по [1], раствор массовой концентрации 0,05 г/см^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой концентрации 0,02 г/см^3.

Висмут по ГОСТ 10928.

Ксиленоловый оранжевый, раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3.

Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамилацетат) по [2].

Растворы висмута известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации висмута 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску висмута 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 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации висмута 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, доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор В массовой концентрации висмута 0,000005 г/дм^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 5 см^3 раствора Б и доводят до метки азотной кислотой молярной концентрации 1 моль/дм^3.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в делительные воронки вместимостью 100 см^3 переносят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см^3 раствора В, приливают до объема 40 см^3 азотной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, 1,0 см^3 раствора йодистого калия и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.

Масса висмута 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 висмута строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора, содержащего висмут.

4.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 3,000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 30 до 40 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, упаривают до объема от 5 до 10 см^3, приливают 15 см^3 дистиллированной воды и переносят раствор в делительную воронку вместимостью 100 см^3. Приливают дистиллированной воды до объема 40 см^3, 1,0 см^3 раствора йодистого калия, 10 см^3 изоамилацетата и экстрагируют 1 мин. Водную нижнюю фазу переносят в чистую делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 изоамилацетата и повторяют экстракцию 1 мин. Водную фазу отбрасывают, а органические фазы объединяют.

К объединенной органической фазе приливают 20 см^3 азотной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, 0,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 см^3 раствора йодистого калия и, осторожно поворачивая воронку пять-шесть раз, промывают органическую фазу. Водную фазу отбрасывают, промывание органической фазы повторяют. К промытой органической фазе приливают 15 см^3 раствора для реэкстракции, 0,2 см^3 ксиленолового оранжевого и встряхивают воронку 1 мин. Водную фазу переносят в

мерную колбу вместимостью 25 см^3, фильтруя ее через воронку с ватным тампоном, предварительно промытым раствором для реэкстракции. После фильтрования тампон промывают раствором для реэкстракции и доводят до метки раствором для реэкстракции.

Светопоглощение растворов пробы и контрольного опыта измеряют через 20 мин на спектрофотометре при длине волны 540 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 500 до 560 нм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду и кюветы толщиной поглощающего слоя 5 см.

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса висмута в растворе пробы, г;

M_K — масса висмута в растворе контрольного опыта, г;

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 висмута	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)
0,00020	0,00006	0,00007	0,00012	0,00008
0,00030	0,00008	0,00010	0,00015	0,00010
0,00050	0,00010	0,00012	0,00020	0,00015
0,00100	0,00020	0,00024	0,00040	0,00030

5 Атомно-абсорбционный метод с электротермической атомизацией (при массовой доле висмута от 0,0001 % до 0,001 %)

5.1 Метод анализа

Метод анализа основан на измерении поглощения при длине волны 223,1 нм резонансного излучения атомами висмута, 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 висмута.

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.

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

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

Висмут по ГОСТ 10928.

Растворы висмута известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации висмута 0,001 г/см³ по 4.2.

Раствор Б массовой концентрации висмута 0,0001 г/см³ по 4.2.

Раствор В массовой концентрации висмута 0,00001 г/см³ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят 10 см³ раствора Б, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Г массовой концентрации висмута 0,000001 г/см³ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят 10 см³ раствора В, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, доводят до метки дистиллированной водой.

5.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика навеску никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта массой 0,500 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³. 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 см³ 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 см³, приливают от 40 до 50 см³ дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³.

В колбы приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Г. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий висмут, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса висмута в градуировочных растворах составляет 0,0000005; 0,0000010; 0,0000020; 0,0000030; 0,0000040 и 0,0000050 г.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,500 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³, приливают от 15 до 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, упаривают до объема от 5 до 7 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 223,1 нм, ширине щели не более 0,5 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 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 120 до 150 включ.	От 2 до 20 включ.
Озоление	» 700 » 900 »	» 10 » 20 »
Атомизация	» 2000 » 2400 »	» 4 » 5 »

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

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса висмута 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 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 висмута	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	0,00008
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00040	0,00006	0,00007	0,00012	0,00008
0,00050	0,00007	0,00009	0,00014	0,00010
0,00060	0,00008	0,00010	0,00017	0,00012
0,00100	0,00015	0,00020	0,00030	0,00020

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

6.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 223,1 нм резонансного излучения атомами висмута, образующимися в результате пламенной атомизации при распылении раствора анализируемой пробы в пламени ацетилен-воздух.

6.2 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 висмута.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

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.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей висмута не более 0,002 %.

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

Висмут по ГОСТ 10928.

Растворы висмута известной концентрации.

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

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

6.3 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 вмести-

мостью 250 см³. 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 см³ 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 см³, приливают от 40 до 50 см³ дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³.

В колбы приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ раствора Б. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий висмут, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 6.4.

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

6.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 3,000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³, растворяют при нагревании в 25—30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин, упаривают до объема от 10 до 15 см³, приливают от 40 до 50 см³ дистиллированной воды, нагревают до кипения и охлаждают. Раствор переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 223,1 нм, ширине щели не более 0,3 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 6.3.

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

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

6.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю висмута в пробе X, %, вычисляют по формуле (2).

6.6 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 4.

Таблица 4 — 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 висмута	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 ($k = 2$)
0,0020	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003
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

Библиография

[1]	ФС 42-2662(8)—89(95) (Регистр лекарственных средств в России. М., 1993, Инфармхим)	Аскорбиновая кислота фармакопейная
[2]	ТУ 6-09-06-1229—85	Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамилацетат), х. ч.
[3]	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, висмут, 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 *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.09.2015. Подписано в печать 05.10.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 34 экз. Зак. 3198.

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

gost.e-ecolog.ru