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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.17— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения железа

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 13047.17—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.17—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 1
4 Спектрофотометрический метод 2
5 Атомно-абсорбционный метод 4
Библиография 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения железа

Nickel. Cobalt. Methods for determination of iron

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа (при массовой доле железа от 0,001 % до 1,0 %) в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722, кобальте по ГОСТ 123 и кобальтовом порошке по ГОСТ 9721. 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 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 9721—79 Порошок кобальтовый. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. 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
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.

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 415 нм раствора комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде после предварительного экстракционного выделения железа изоамилацетатом из солянокислой среды.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 400 до 430 нм.

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 3:1, 1:1 и 1:10.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:9.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации 0,1 г/см^3.

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

Железо карбонильное по [2] или другое железо, содержащее не менее 99,9 % основного вещества.

Растворы железа известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации железа 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску железа массой 1,0000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 20 до 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, приливают от 2 до 3 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до влажных солей.

Стенки стакана или колбы обмывают дистиллированной водой, приливают 30 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 100 см^3 дистиллированной воды, растворяют соли при нагревании, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации железа 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 серной кислоты, разбавленной 1:9, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор В массовой концентрации железа 0,00001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора Б, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, и доводят до метки дистиллированной водой.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Перед проведением анализа используемую лабораторную посуду промывают горячей соляной кислотой, разбавленной 1:1, затем дистиллированной водой.

При анализе никеля марок Н-0, Н-1у, Н-1 и кобальта марки К-0 для удаления случайных загрязнений пробы железом рекомендуется предварительно ее обработать. Пробу массой от 7 до 10 г помещают в стакан вместимостью 400 или 600 см^3, приливают от 30 до 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:10.

Раствор с пробой перемешивают 2—3 мин, сливают раствор декантацией и пробу промывают два-три раза дистиллированной водой по 50 см^3, сливая раствор декантацией. Пробу высушивают фильтровальной бумагой и выдерживают в сушильном шкафу 10 мин при температуре от 100 °С до 110 °С.

4.3.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 раствора В, приливают дистиллированную воду до объема 15 см^3, 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.2.

Масса железа в градуировочных растворах составляет 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,00010 г.

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

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3.

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей железа, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,001 до 0,010 включ.	1,000	Весь раствор
Св. 0,01 » 0,10 »	1,000	25
» 0,10 » 0,50 »	0,500	10
» 0,50 » 1,00 »	0,250	10

В стакан или колбу приливают от 15 до 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до влажных солей, стенки стакана или колбы обмывают дистиллированной водой, повторяют выпаривание, приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 3:1, нагревают до растворения солей и охлаждают.

При массовой доле железа свыше 0,010 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1.

Раствор или его аликвотную часть объемом в соответствии с таблицей 1 переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, приливают до 40 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 3:1, 20 $см^3$ изоамилацетата, встряхивают 1 мин. Водную фазу отбрасывают, а к органической фазе приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 3:1, встряхивают воронку 30 с, водную фазу отбрасывают, а органическую фазу вновь промывают 15 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 3:1.

К органической фазе приливают 20 $см^3$ дистиллированной воды и встряхивают воронку 30 с, водную фазу сливают в стакан вместимостью 100 $см^3$, а к органической фазе приливают 20 $см^3$ дистиллированной воды и повторяют экстракцию. Водную фазу сливают в тот же стакан, а органическую фазу отбрасывают.

Объединенный водный раствор упаривают до объема от 5 до 7 $см^3$, приливают 5 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают от 10 до 15 $см^3$ дистиллированной воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$.

4.4.2 В мерную колбу приливают 10 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до появления желтой окраски раствора и еще 5 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Светопоглощение раствора пробы и раствора контрольного опыта измеряют через 15 мин на спектрофотометре при длине волны 415 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 400 до 430 нм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду.

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса железа в растворе пробы, г;

M_K — масса железа в растворе контрольного опыта, г;

M — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы.

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 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 железа	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 ($k = 2$)
0,0010	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003
0,0030	0,0005	0,0006	0,0010	0,0007
0,0050	0,0006	0,0007	0,0012	0,0008
0,0100	0,0010	0,0012	0,0020	0,0014
0,030	0,003	0,004	0,006	0,004
0,050	0,005	0,006	0,010	0,007
0,100	0,007	0,008	0,014	0,010
0,300	0,015	0,018	0,030	0,021
0,50	0,03	0,04	0,06	0,04
1,00	0,06	0,07	0,12	0,08

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 248,3 нм резонансного излучения атомами железа, образующимися в результате пламенной атомизации при распылении раствора 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 железа.

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 и 1:19.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 1:2.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля, например [4], с установленной массовой долей железа не более 0,002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта, например [5], с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей железа не более 0,002 %.

Железо карбонильное по [2] или другое железо, содержащее не менее 99,9 % основного вещества.

Растворы железа известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации железа 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску железа массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 25 до 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, приливают от 1 до 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают раствор до объема от 5 до 7 см^3, стенки стакана обмывают дистиллированной водой, вновь упаривают, приливают от 50 до 60 см^3 дистиллированной воды, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации железа 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.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Перед проведением анализа используемую лабораторную посуду промывают горячей соляной кислотой, разбавленной 1:1, затем дистиллированной водой.

Для удаления случайных загрязнений пробы железом рекомендуется предварительно ее обработать в соответствии с 4.3.1.

5.3.2 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли железа не более 0,010 % навески никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта массой 5,000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта растворяют при нагревании в объеме от 50 до 60 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтр (красная или белая лента), предварительно промытые 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 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 раствора Б. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий железо, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса железа в градуировочных растворах составляет 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040; 0,00050 и 0,00060 г.

5.3.3 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли железа свыше 0,010 % навески 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.

Навески никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта растворяют при нагревании в объеме от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и далее проводят анализ в соответствии с 5.3.2.

В мерные колбы переносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 раствора Б. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий железо, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса железа в градуировочных растворах указана в 5.3.2.

5.3.4 Для построения градуировочного графика 3 при определении массовой доли железа свыше 0,050 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят по 20 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 5.3.3, приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий железо, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса железа в градуировочных растворах указана в 5.3.2.

5.3.5 Для построения градуировочного графика 4 при определении массовой доли железа свыше 0,25 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий железо, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса железа в градуировочных растворах составляет 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 3 помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см^3.

Таблица 3 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей железа, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см^3	Номер градуировочного графика
От 0,001 до 0,010 включ.	5,000	Весь раствор	1
Св. 0,010 » 0,050 »	1,000	То же	2
» 0,05 » 0,25 »	1,000	20	3
» 0,25 » 1,00 »	1,000	20/100/20	4

Навеску пробы массой 5,000 г растворяют при нагревании в объеме от 50 до 60 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, а массой 1,000 г — от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от 15 до 20 см^3 или от 5 до 7 см^3 соответственно, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

При массовой доле железа свыше 0,050 % в соответствии с таблицей 3 разбавляют раствор пробы азотной кислотой, разбавленной 1:19, в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для построения градуировочного графика при длине волны 248,3 или 248,8 нм, ширине щели 0,15—0,30 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 соответствующего контрольного опыта, подготовленный в соответствии с 5.3.

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

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса железа в растворе пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

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.

Библиография

[1] ТУ 6-09-06-1229—85 Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамилацетат), х. ч.

[2] ТУ 6-09-05808009-262—92* Железо карбонильное ОСЧ 13-2, ОСЧ 6-2

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

[4] МСО 1348—2007 СО состава оксида никеля (комплект ОКН)

[5] МСО 1664—2010 СО состава оксида кобальта (комплект ОК)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40

Ключевые слова: никель, кобальт, железо, 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 *А.Н. Золотаревой*

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. 1,00. Тираж 34 экз. Зак. 3197.

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

gost.e-ecolog.ru