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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 13047.19— 2014**

# НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

## Метод определения алюминия

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 13047.19—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.19—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 Атомно-абсорбционный метод . . . . . 1
Библиография . . . . . 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

## Метод определения алюминия

Nickel. Cobalt. Method for determination of aluminium

Дата введения — 2016—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,0002 % до 0,010 %) в первичном никеле по ГОСТ 849 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 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки
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.

## 4 Атомно-абсорбционный метод

### 4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 309,3 нм резонансного излучения атомами алюминия, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

Издание официальное

### 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 алюминия.

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.

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

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля, например [2], с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей алюминия не более 0,0002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта, например [3], с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей алюминия не более 0,0002 %.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069.

Растворы алюминия известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации алюминия 0,0001 г/см$^3$ готовят следующим образом: навеску алюминия массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 100 см$^3$, приливают от 20 до 30 см$^3$ соляной кислоты, растворяют при нагревании, упаривают до объема от 5 до 10 см$^3$, приливают от 10 до 15 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от 5 до 7 см$^3$, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, приливают 50 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации алюминия 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 алюминия 0,000002 г/см$^3$ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ переносят 20 см$^3$ раствора Б 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 алюминия не более 0,0020 % навески никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта массой 0,500 г помещают в стаканы или колбы вместимостью 250 см$^3$. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К навескам никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта приливают от 15 до 20 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (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 и переносят в мерные колбы вместимостью 100 см$^3$.

В колбы переносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см$^3$ раствора В. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий алюминий, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 4.4.

Масса алюминия 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 алюминия свыше 0,0020 % в мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ переносят по 20 см$^3$ раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 4.3.1, приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см$^3$ раствора В. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий алюминий, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 4.4.

Масса алюминия в градуировочных растворах указана в 4.3.1.

### 4.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,500 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 7 см$^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

При массовой доле алюминия свыше 0,0020 % в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ переносят аликвотную часть раствора объемом 20 см$^3$ и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 309,3 нм, ширине щели не более 0,7 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 от 0,010 до 0,050 см$^3$ 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 указаны в таблице 1.

Таблица 1 — Условия работы атомизатора

| Наименование стадии | Температура, °С | Время, с |
|---|---|---|
| Сушка | От 150 до 200 включ. | От 2 до 30 включ. |
| Озоление | » 1100 » 1200 » | » 10 » 20 » |
| Атомизация | » 2400 » 2500 » | » 4 » 5 » |

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

По значению абсорбции раствора пробы находят массу алюминия по соответствующему градуировочному графику.

### 4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю алюминия в пробе $X$, %, вычисляют по формуле:

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

где $M_X$ — масса алюминия в растворе пробы, г;

$K$ — коэффициент разбавления раствора пробы;

$M$ — масса навески пробы, г.

### 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 алюминия | 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 | 0,00004 | 0,00005 | 0,00008 | 0,00006 |
| 0,00030 | 0,00006 | 0,00007 | 0,00012 | 0,00008 |
| 0,00050 | 0,00007 | 0,00008 | 0,00014 | 0,00010 |
| 0,00100 | 0,00010 | 0,00012 | 0,00020 | 0,00014 |
| 0,0030 | 0,0004 | 0,0005 | 0,0008 | 0,0005 |
| 0,0050 | 0,0005 | 0,0006 | 0,0010 | 0,0007 |
| 0,0100 | 0,0010 | 0,0012 | 0,0020 | 0,0014 |

## Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)
[2] МСО 1348—2007 СО состава оксида никеля (комплект ОКН)
[3] 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 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, кобальт, алюминий, 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 *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 23.11.2015. Подписано в печать 09.12.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 48 экз. Зак. 4042.

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

gost.e-ecolog.ru