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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.25— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения селена в никеле

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 13047.25—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.25—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 2
4 Спектрофотометрический метод 2
5 Атомно-абсорбционный метод 4
Библиография 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения селена в никеле

Nickel. Cobalt. Methods for determination of selenium in nickel

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения селена (при массовой доле селена от 0,0001 % до 0,0050 %) в первичном никеле по ГОСТ 849. В качестве арбитражного метода используется атомно-абсорбционный метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5848—73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). 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.

Издание официальное

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 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 330 нм раствора комплексного соединения селена с *о*-фенилендиамином 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 320 до 340 нм.

pH-метр (иономер), обеспечивающий проведение измерений в диапазоне pH 0,9—1,1.

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 1:2 и 1:4.

Кислота хлорная по [1], разбавленная 1:99.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848.

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

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор массовой концентрации 0,04 г/см^3.

о-Фенилендиамин по [2], раствор массовой концентрации 0,01 г/см^3.

Толуол по ГОСТ 5789, при необходимости очищенный перегонкой.

Селен по ГОСТ 10298.

Растворы селена известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации селена 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску селена массой 0,1000 г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют на водяной бане при температуре от 60 °С до 70 °С, упаривают до объема от 1 до 2 см^3, приливают 20 см^3 соляной кислоты, нагревают до растворения солей, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации селена 0,00001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 500 см^3 переносят 5 см^3 раствора А и доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:4.

Раствор В массовой концентрации селена 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 дистиллированной водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика при определении массовой доли селена спектрофотометрическим методом в стаканы вместимостью 250 см^3 переносят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 раствора В, разбавляют дистиллированной водой до объема 50 см^3, приливают 1,0 см^3 муравьиной кислоты, 0,5 см^3 раствора трилона Б и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.

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

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

4.4 Проведение анализа

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

Таблица 1 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей селена, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,0001 до 0,0005 включ.	2,000	50
Св. 0,0005 » 0,0010 »	2,000	25
» 0,0010 » 0,0020 »	1,000	25
» 0,0020 » 0,0050 »	1,000	10

Навеску пробы растворяют при нагревании в объеме от 30 до 40 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от 7 до 10 $см^3$. После охлаждения приливают 10 $см^3$ хлорной кислоты, выпаривают до выделения паров хлорной кислоты и охлаждают. Стенки стакана или конической колбы промывают дистиллированной водой и вновь выпаривают до выделения паров хлорной кислоты, охлаждают, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:2, нагревают на водяной бане в течение 10 мин, приливают от 15 до 20 $см^3$ дистиллированной воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

Аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1 переносят в стакан вместимостью 250 $см^3$, разбавляют дистиллированной водой до объема 50 $см^3$, приливают 1,0 $см^3$ муравьиной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора трилона Б и добавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1, до получения pH раствора 0,9—1,1 по pH-метру (иономеру).

Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, приливают 3 $см^3$ раствора *о*-фенилендиамина, выдерживают 20 мин, приливают 6,0 $см^3$ толуола и встряхивают воронку 2 мин. После разделения раствора на органическую и водную фазы органическую фазу сливают в пробирку и укупоривают.

Светопоглощение раствора измеряют через 2 ч на спектрофотометре при длине волны 330 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 320 до 340 нм, используя в качестве раствора сравнения толуол и кюветы толщиной поглощающего слоя 1 см.

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса селена в растворе пробы, г;

M_K — масса селена в растворе контрольного опыта, 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 селена	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	0,00004	0,00005	0,00007	0,00005
0,00030	0,00008	0,00010	0,00015	0,00010
0,00050	0,00012	0,00015	0,00020	0,00015
0,00100	0,00015	0,00020	0,00030	0,00020
0,0030	0,0004	0,0005	0,0008	0,0006
0,0050	0,0007	0,0008	0,0014	0,0010

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 196,0 нм резонансного излучения атомами селена, 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 или безэлектродная газоразрядная лампа для возбуждения спектральной линии селена.

Графитовая кювета с пиролитическим покрытием, подготовленная по 5.3.1.

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 фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля [5] с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей селена не более 0,0001 %.

Тантал по [4].

Раствор тантала массовой концентрации 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску тантала массой 0,100 г помещают в чашку из фторопласта или стеклоуглерода, приливают 10 см^3 фтористоводородной кислоты, от 0,5 до 1,0 см^3 азотной кислоты, растворяют при нагревании, охлаждают, разбавляют дистиллированной водой до объема 100 см^3 и хранят в полиэтиленовой емкости.

Селен по ГОСТ 10298.

Растворы селена известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации селена 0,0001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску селена массой 0,1000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 100 см^3, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют на водяной бане при температуре от 60 °С до 70 °С, охлаждают, раствор 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 селена 0,00001 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, и доводят до метки дистиллированной водой.

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

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Подготовка графитовой кюветы

Графитовую кювету с пиролитическим покрытием помещают в электротермический атомизатор атомно-абсорбционного спектрометра и приливают дозатором 0,05 см^3 раствора тантала, а при использовании аэрозольного распылителя распыляют раствор тантала не менее 50 с. Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 3.

Таблица 3 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	От 150 до 160 включ.	От 2 до 20 включ.
Озоление	» 1000 » 1600 »	» 10 » 20 »
Атомизация	» 2400 » 2600 »	» 4 » 5 »

Введение раствора тантала в графитовую кювету и атомизацию проводят не менее 10 раз. Подготовленная графитовая кювета используется многократно для проведения измерений в соответствии с 5.4.

5.3.2 Подготовка градуировочных растворов

5.3.2.1 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли селена не более 0,0010 % навески никелевого порошка или стандартного образца состава никеля массой 1,000 г помещают в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

В стаканы или колбы приливают от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин. 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 5 до 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 селен, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

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

5.3.2.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли селена свыше 0,0010 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят по 20 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 5.3.2.1, 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 селен, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса селена в градуировочных растворах указана в 5.3.2.1.

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 от 5 до 7 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

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

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 196,0 нм, ширине щели не более 2,0 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 от 0,010 до 0,050 см^3 или оптимальное время 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 по 5.3.2.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрометра по градуировочным растворам. Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 4.

Таблица 4 — 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	» 2200 » 2300 »	» 4 » 5 »

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

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса селена 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 6-09-2878—84 Реактивы. Кислота хлорная химически чистая для анализа

[2] ТУ 6-09-05-1291—84 *о*-Фенилендиамин (*о*-диаминбензол)

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

[4] ТУ 48-19-258—93 Фольга танталовая и ниобиевая

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

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40

Ключевые слова: никель, кобальт, селен, 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 *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 19.09.2015. Подписано в печать 29.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 37 экз. Зак. 3177.

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

gost.e-ecolog.ru