МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.24— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения серебра 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	Минэкономразвития 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 13047.24—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.24—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 серебра в никеле

Nickel. Cobalt. Methods for determination of silver in nickel

Дата введения — 2016 — 01 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционные методы определения серебра (при массовой доле серебра от 0,00001 % до 0,0030 %) в первичном никеле по ГОСТ 849.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 6836—2002 Серебро и сплавы на его основе. Марки
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

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 с электротермической атомизацией (при массовой доле серебра от 0,00001 % до 0,0010 %)

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 328,1 нм резонансного излучения атомами серебра, 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 серебра.

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.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля, например [2], с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей серебра.

Серебро по ГОСТ 6836.

Растворы серебра известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации серебра 0,0001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску серебра массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доводят до метки дистиллированной водой и хранят в затемненном месте.

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

Раствор Г массовой концентрации серебра 0,0000002 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 20 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 серебра не более 0,0001 % навески никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей серебра не более 0,00001 %, массой 1,000 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 стандартного образца состава никеля 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; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Г. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий серебро, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 4.4.

Масса серебра в градуировочных растворах составляет 0,0000001; 0,0000002; 0,0000004; 0,0000008 и 0,0000010 г.

4.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли серебра от 0,0001 % до 0,0010 % навески никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей серебра не более 0,0001 %, массой 0,500 г помещают в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески никелевого порошка или стандартного образца состава никеля растворяют в соответствии с 4.3.1. В мерные 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 серебро, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 4.4.

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

4.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 1,000 г (при массовой доле серебра не более 0,0001 %) или массой 0,500 г (при массовой доле серебра свыше 0,0001 %) 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, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 328,1 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 от 0,005 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 указаны в таблице 1.

Таблица 1 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	От 150 до 160 включ.	От 2 до 20 включ.
Озоление	» 400 » 600 »	» 10 » 20 »
Атомизация	» 1900 » 2300 »	» 4 » 5 »

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

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса серебра в растворе пробы, г;

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 серебра	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 ($k = 2$)
0,000010	0,000005	0,000006	0,000010	0,000007
0,000030	0,000010	0,000012	0,000020	0,000014
0,00005	0,00002	0,00003	0,00004	0,00003
0,00010	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00012	0,00014	0,00024	0,00017
0,00200	0,00020	0,00024	0,00040	0,00028
0,0030	0,0003	0,0004	0,0006	0,0004

5 Атомно-абсорбционный метод с пламенной атомизацией (при массовой доле серебра от 0,0002 % до 0,0030 %)

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 328,1 нм резонансного излучения атомами серебра, 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 серебра.

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, например [2], с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей серебра не более 0,0002 %.

Серебро по ГОСТ 6836.

Растворы серебра известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации серебра 0,0001 г/см^3 по 4.2.

Раствор Б массовой концентрации серебра 0,00001 г/см^3 по 4.2.

5.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика навески никелевого порошка или стандартного образца состава никеля массой 3,000 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 стандартного образца состава никеля приливают от 25 до 30 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; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 раствора Б. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий серебро, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса серебра в градуировочных растворах составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000040; 0,000060; 0,000080 и 0,000100 г.

5.4 Проведение анализа

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

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 328,1 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 серебра строят градуировочный график.

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

5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю серебра в пробе X, %, вычисляют по формуле (1).

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 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)
[2] МСО 1348—2007 СО состава оксида никеля (комплект ДКН)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40

Ключевые слова: никель, кобальт, серебро, 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 *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 16.09.2015. Подписано в печать 24.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 37 экз. Зак. 3127.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru