МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения теллура в никеле

Издание официальное

БЗ 3—99/41

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт», АО «Институт Гипроникель»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 30 мая 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 17 сентября 2002 г. № 334-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.23—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования и требования безопасности 1
4 Атомно-абсорбционный метод 1
4.1 Метод анализа 1
4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 1
4.3 Подготовка к анализу 2
4.4 Проведение анализа 2
4.5 Обработка результатов анализа 3
4.6 Контроль точности анализа 3
Приложение А Библиография 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения теллура в никеле

Nickel. Cobalt. Method for determination of tellurium in nickel

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения теллура при массовой доле от 0,00002 % до 0,0010 % в первичном никеле по ГОСТ 849.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
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—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Атомно-абсорбционный метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 214,3 нм резонансного излучения атомами теллура, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

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

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии теллура.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие средней плотности.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9 и 1:19.

Издание официальное

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей теллура не более 0,00002 %.

Теллур высокой чистоты по [2].

Растворы теллура известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации теллура 0,0001 г/см³: в стакан вместимостью 100 см³ помещают навеску теллура массой 0,1000 г, приливают 10—15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации теллура 0,00001 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора А и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор В массовой концентрации теллура 0,000001 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора Б и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор Г массовой концентрации теллура 0,0000002 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 20 см³ раствора В и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей теллура не более 0,00010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см³ помещают навески массой 1,000 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей теллура. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 15—20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 10—15 см³, приливают 40—50 см³ воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³.

В колбы отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ раствора Г, в колбу с раствором контрольного опыта раствор теллура не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса теллура в растворах для градуировочного графика 1 составляет 0,0000002; 0,0000004; 0,0000006; 0,0000008; 0,0000010 г.

4.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей теллура свыше 0,00010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см³ помещают навески массой 0,500 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей теллура. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Пробы растворяют, как указано в 4.3.1. В мерные колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор теллура не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса теллура в растворах для градуировочного графика 2 составляет 0,0000005; 0,0000010; 0,0000020; 0,0000030; 0,0000040; 0,0000050 г.

4.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску пробы массой 1,000 г при определении массовой доли теллура не более 0,00010 % или массой 0,500 г при определении массовой доли теллура свыше 0,00010 %, приливают 15—20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до объема 5—7 см³, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают и доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 214,3 нм, ширине щели не более 1,0 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона не менее двух раз, последовательно вводя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрофотометра подбирают оптимальный объем раствора от 0,005 до 0,050 см³ или оптимальное время аэрозольного распыления от 5 до 50 с. Промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный, как указано в 4.3.

Подбор оптимальных температурных режимов проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки.

Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 1.

Таблица 1 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	120—150	2—30
Озоление	300—500	15—20
Атомизация	2100—2300	4—8

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам теллура строят градуировочные графики.

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса теллура в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля теллура	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений d_2	Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений d_3	Допускаемые расхождения двух результатов анализа D	Погрешность метода анализа Δ
0,000020	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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

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

[2] ТУ 48-6-99—87 Теллур высокой чистоты марки Т-А1

* Действует не территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40 В59 ОКСТУ 1732

Ключевые слова: никель, теллур, химический анализ, средства измерений, раствор, реактив, проба, массовая доля, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 01.11.2002. Подписано в печать 20.11.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,45. Тираж 253 экз. С 8577. Зак. 1025.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http:// www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru