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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.22— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения таллия 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 13047.22—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.22—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 3
Библиография 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения таллия в никеле

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of thallium in nickel

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения таллия (при массовой доле таллия от 0,00005 % до 0,0010 %) 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 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия
ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. 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 18337—95 Таллий. 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 600 нм раствора комплексного соединения таллия с кристаллическим фиолетовым, экстрагируемого бензолом из фосфорнокислой среды.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 580 до 610 нм.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

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

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:4.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 0,25 г/см^3.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Бензол по ГОСТ 5955.

Кристаллический фиолетовый по [1], раствор массовой концентрации 0,002 г/см^3.

Таллий по ГОСТ 18337.

Растворы таллия известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации таллия 0,0001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску таллия массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют на кипящей водяной бане, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 100 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации таллия 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 таллия 0,000002 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 20 см^3 раствора Б, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 100 или 150 см^3 переносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора В. Стаканы с растворами помещают на кипящую водяную баню и выпаривают растворы досуха. К сухому остатку приливают от 2 до 3 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают на кипящей водяной бане досуха. К сухому остатку приливают 25 см^3 ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:4, 5 см^3 дистиллированной воды, растворяют осадок и далее поступают в соответствии с 4.4.

Масса таллия 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 таллия строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора, содержащего таллий.

4.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 3,000 г (при массовой доле таллия не более 0,0003 %) и массой 1,000 г (при массовой доле таллия свыше 0,0003 %) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 30 до 40 см^3 или от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от 7 до 10 см^3, приливают от 5 до 10 см^3 соляной кислоты, не допуская кипения. Стакан помещают на кипящую водяную баню и выпаривают раствор досуха. К сухому остатку приливают от 5 до 10 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают на водяной бане досуха. Обработку соляной кислотой повторяют.

К сухому остатку приливают 25 см^3 ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:4, 5 см^3 дистиллированной воды и растворяют соли. К раствору приливают 1 см^3 раствора хлорида железа (III), 0,5 см^3 пероксида водорода и выдерживают 40 мин.

Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, обмывают стакан 10 см^3 дистиллированной водой, приливают 0,5 см^3 раствора кристаллического фиолетового, 20 см^3 бензола и встря-

хивают делительную воронку 1 мин. Через 10—15 мин водную нижнюю фазу сливают и отбрасывают, а из органической фазы сухой пипеткой переносят аликвотную часть раствора объемом 15 см^3 в сухую мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят до метки ацетоном.

Светопоглощение раствора пробы и раствора контрольного опыта измеряют на спектрофотометре при длине волны 600 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 580 до 610 нм, используя в качестве раствора сравнения смесь 15 см^3 бензола и 10 см^3 ацетона.

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса таллия в растворе пробы, г;

M_K — масса таллия в растворе контрольного опыта, 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 1.

Таблица 1 — 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 таллия	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)
0,00005	0,00003	0,00004	0,00006	0,00004
0,00010	0,00006	0,00007	0,00012	0,00008
0,00030	0,00010	0,00012	0,00020	0,00015
0,00050	0,00015	0,00018	0,00030	0,00020
0,0010	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 276,8 нм резонансного излучения атомами таллия, 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 для возбуждения спектральной линии таллия.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [2] или другие фильтры средней плотности.

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

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля, например [3] с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей таллия не более 0,00005 %.

Таллий по ГОСТ 18337.

Растворы таллия известной концентрации.

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

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

Раствор В массовой концентрации таллия 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 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли таллия не более 0,0003 % 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.

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 5 до 7 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; 1,5; 2,0 и 3,0 см^3 раствора В. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий таллий, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса таллия в градуировочных растворах составляет 0,0000005; 0,0000010; 0,0000015; 0,0000020 и 0,0000030 г.

5.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли таллия свыше 0,0003 % навески никелевого порошка или стандартного образца состава никеля 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 5.3.1, растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, приливают 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 таллий, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса таллия в градуировочных растворах составляет 0,000001; 0,000002; 0,000003; 0,000004 и 0,000005 г.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 1,000 г (при массовой доле таллия не более 0,0003 %) и массой 0,500 г (при массовой доле таллия свыше 0,0003 %) 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 7 до 10 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 276,8 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 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 по 4.3.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрометра по градуировочным растворам.

Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 2.

Таблица 2 — Условия работы атомизатора

Наименование стадии	Температура, °С	Время, с
Сушка	От 100 до 150 включ.	От 2 до 45 включ.
Озоление	» 400 » 600 »	» 10 » 20 »
Атомизация	» 1800 » 2200 »	» 4 » 5 »

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

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса таллия в растворе пробы, г;

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 3.

Таблица 3 — 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 таллия	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 ($k = 2$)
0,00005	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	0,00020	0,00015

Библиография

[1] ТУ 6-09-5924—89 Кристаллический фиолетовый
[2] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)
[3] 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, таллий, 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 16.09.2015. Подписано в печать 29.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 37 экз. Зак. 3174.

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

gost.e-ecolog.ru