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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.2— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения никеля в никеле

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 13047.2—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.2—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 никеля в никеле

Nickel. Cobalt. Methods for determination of nickel in nickel

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает электрогравиметрический (при массовой доле никеля до 98,8 %) и расчетный (при массовой доле никеля свыше 98,8 %) методы определения содержания никеля в никеле по ГОСТ 849.

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 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 5828—77 Реактивы. Диметилглиоксим. Технические условия
ГОСТ 5845—79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 6012—2011 Никель. Методы химико-атомно-эмиссионного спектрального анализа
ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2014 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 13047.4—2014 Никель. Кобальт. Методы определения кобальта в никеле
ГОСТ 13047.6—2014 Никель. Кобальт. Методы определения углерода
ГОСТ 13047.7—2014 Никель. Кобальт. Методы определения серы
ГОСТ 13047.8—2014 Никель. Кобальт. Метод определения кремния
ГОСТ 13047.9—2014 Никель. Кобальт. Метод определения фосфора
ГОСТ 13047.10—2014 Никель. Кобальт. Методы определения меди
ГОСТ 13047.11—2014 Никель. Кобальт. Метод определения цинка
ГОСТ 13047.12—2014 Никель. Кобальт. Методы определения сурьмы
ГОСТ 13047.13—2014 Никель. Кобальт. Методы определения свинца
ГОСТ 13047.14—2014 Никель. Кобальт. Методы определения висмута
ГОСТ 13047.15—2014 Никель. Кобальт. Метод определения олова
ГОСТ 13047.16—2014 Никель. Кобальт. Методы определения кадмия
ГОСТ 13047.17—2014 Никель. Кобальт. Методы определения железа
ГОСТ 13047.18—2014 Никель. Кобальт. Методы определения мышьяка

Издание официальное

ГОСТ 13047.19—2014 Никель. Кобальт. Метод определения алюминия
ГОСТ 13047.20—2014 Никель. Кобальт. Метод определения магния
ГОСТ 13047.21—2014 Никель. Кобальт. Методы определения марганца
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 20478—75 Реактивы. Аммоний надсернокислый. 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.

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа, качеству используемой дистиллированной воды и стеклянной лабораторной посуды и требования безопасности при проведении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Электрогравиметрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на взвешивании никеля, кобальта, меди и цинка, выделяемых электролизом на платиновом катоде из аммиачной среды, и определении массы никеля, оставшегося в растворе после проведения электролиза, спектрофотометрическим или атомно-абсорбционным методом. Массовые доли кобальта, меди и цинка определяют по ГОСТ 13047.4, ГОСТ 13047.10, ГОСТ 13047.11 или по ГОСТ 6012 и учитывают при обработке результатов анализа.

Спектрофотометрический метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 440 нм раствора комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя — надсернокислого аммония.

Атомно-абсорбционный метод основан на измерении поглощения при длине волны 232,0 нм резонансного излучения атомами никеля, образующимися в результате пламенной атомизации при распылении раствора пробы в пламени ацетилен-воздух.

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

Установка для электролиза с амперметром, вольтметром и реостатом, обеспечивающая проведение электролиза при перемешивании раствора при силе тока от 3 до 4 А и напряжении от 2 до 3 В.

Атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий проведение измерений в пламени ацетилен-воздух.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии никеля.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 420 до 460 нм.

Электроды платиновые сетчатые по ГОСТ 6563.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, при необходимости очищенный, или по ГОСТ 24147, разбавленный 1:9.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор массовой концентрации 0,03 г/см^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 0,05 г/см^3.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, раствор массовой концентрации 0,2 г/см^3.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор массовой концентрации 0,01 г/см^3 в растворе гидроокиси натрия.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Универсальная индикаторная бумага по [1].

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

Никель первичный по ГОСТ 849 с массовой долей никеля не более 99,93 %.

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Растворы никеля известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации никеля 0,001 г/см^3 готовят следующим образом: навеску первичного никеля или никелевого порошка массой 1,0000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают от 20 до 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через предварительно промытый два-три раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтр (красная или белая лента). Фильтр промывают пять-шесть раз горячей водой и отбрасывают. К раствору приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Приливают от 80 до 100 см^3 дистиллированной воды, растворяют соли при нагревании и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации никеля 0,0001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора А, приливают 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор В массовой концентрации никеля 0,00001 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 10 см^3 раствора Б, доводят до метки дистиллированной водой.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для построения градуировочного графика при определении массы никеля спектрофотометрическим методом в мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят 1, 2, 4, 6, 8 и 10 см^3 раствора В, приливают 10 см^3 виннокислого калия-натрия и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.4.

Масса никеля в градуировочных растворах составляет 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,00010 г.

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

4.3.2 Для построения градуировочного графика при определении массы никеля атомно-абсорбционным методом в мерные колбы вместимостью 250 см^3 переносят 1, 2, 4, 6, 8 и 10 см^3 раствора Б, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 4.4.5.

Масса никеля в градуировочных растворах составляет 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008 и 0,0010 г.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 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, кипятят 2—3 мин, охлаждают, приливают 15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты и охлаждают.

Приливают от 50 до 60 см^3 дистиллированной воды, добавляют от 3 до 4 г сернокислого аммония, растворяют соли при нагревании и охлаждают. Приливают при перемешивании аммиак до появления его запаха и еще 80 см^3.

Раствор с осадком выдерживают в теплом месте 25—30 мин, отфильтровывают через фильтр (красная или белая лента), собирая фильтрат в стакан вместимостью 250 см^3, фильтр с осадком промывают два-три раза аммиаком, разбавленным 1:9, фильтрат используют в соответствии с 4.4.2.

Осадок на фильтре растворяют в объеме от 10 до 15 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, фильтр промывают три-четыре раза горячей водой, собирая фильтрат в стакан, в котором проводилось осаждение. К раствору приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают от 20 до 30 см^3 дистиллированной воды и растворяют соли при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и используют в соответствии с 4.4.3.

4.4.2 К фильтрату приливают дистиллированной воды до объема 200 см^3 и проводят электролиз в течение 1,0—1,5 ч при перемешивании раствора, используя предварительно взвешенные платиновые электроды, при силе тока от 3 до 4 А и напряжении от 2 до 3 В. После обесцвечивания раствора стенки стакана и выступающие части электродов обмывают дистиллированной водой, приливают от 15 до 20 см^3 дистиллированной воды и проводят электролиз в течение 10—15 мин.

Электроды вынимают из раствора, промывают дистиллированной водой, выключают ток. Электроды промывают этиловым спиртом, высушивают при температуре от 95 °С до 105 °С в течение 15—20 мин, охлаждают и взвешивают.

4.4.3 После проведения электролиза раствор упаривают до объема от 40 до 50 см^3 и приливают серную кислоту, разбавленную 1:1, до pH 1—2 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор присоединяют к раствору в мерной колбе вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и определяют массу никеля спектрофотометрическим методом в соответствии с 4.4.4 или атомно-абсорбционным методом в соответствии с 4.4.5.

4.4.4 При использовании спектрофотометрического метода в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят аликвотную часть раствора по 4.4.3, приливают 10 см^3 виннокислого калия-натрия, 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, 5 см^3 раствора надсернокислого аммония, 10 см^3 раствора диметилглиоксима в растворе гидроокиси натрия, доводят до метки дистиллированной водой.

Через 5—7 мин измеряют светопоглощение раствора на спектрофотометре при длине волны 440 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 420 до 460 нм. В качестве раствора сравнения используют градуировочный раствор, в который перед приливанием растворов для образования комплексного соединения добавлено две-три капли серной кислоты, разбавленной 1:1, и не введен раствор, содержащий никель.

По значению светопоглощения раствора пробы находят массу никеля по градуировочному графику, построенному по 4.3.1, с учетом коэффициента разбавления раствора.

4.4.5 При использовании атомно-абсорбционного метода абсорбцию раствора пробы по 4.4.3 и градуировочных растворов по 4.3.2 при длине волны 232,0 нм, ширине щели не более 0,2 нм измеряют не менее двух раз, последовательно распыляя их в пламени ацетилен-воздух, промывают систему дистиллированной водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика.

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

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

В ходе одного анализа проводят два или три параллельных определения.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю никеля X, %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{[(M_1 - M_2) - (M_3 - M_4) + M_5]100}{M} - (X_1 + X_2 + X_3), \quad (1)$$

где M_1 — масса катода после электролиза, г;

M_2 — масса катода до электролиза, г;

M_3 — масса анода до электролиза, г;

M_4 — масса анода после электролиза, г;

M_5 — масса никеля в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г;

X_1 — массовая доля кобальта в пробе, %;

X_2 — массовая доля меди в пробе, %;

X_3 — массовая доля цинка в пробе, %.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГОСТ 13047.1.

Расширенная неопределенность результатов анализа U составляет 0,3 %.

Нормативы контроля прецизионности — пределы повторяемости r результатов двух или трех параллельных определений составляют соответственно 0,2 % и 0,3 %; предел воспроизводимости R для двух результатов анализа составляет 0,4 % при доверительной вероятности P = 0,95.

5 Расчетный метод

Массовую долю никеля (при массовой доле никеля свыше 98,8 %) определяют расчетным методом. Для этого находят сумму массовых долей примесей, нормируемых в ГОСТ 849, определенных по ГОСТ 13047.4, ГОСТ 13047.6—ГОСТ 13047.21 или по ГОСТ 6012, взятых без округления, и вычитают из 100 %.

Полученный результат округляют до числа значащих цифр, указанных в таблицах химического состава по ГОСТ 849.

Библиография

[1] ТУ 6-09-1181—89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1—10 и 7—14
[2] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354 МКС 77.120.40

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

Редактор *Г.В. Зотова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.11.2015. Подписано в печать 10.12.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 50 экз. Зак. 4047.

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

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

gost.e-ecolog.ru