МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.18— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения мышьяка

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	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 13047.18—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.18—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 мышьяка

Nickel. Cobalt. Methods for determination of arsenic

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения мышьяка (при массовой доле мышьяка от 0,0001 % до 0,010 %) в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123. В качестве арбитражного метода используется атомно-абсорбционный метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5841—74 Реактивы. Гидразин сернокислый
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
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. 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 610 или 840 нм раствора мышьяково-молибденового комплексного соединения, восстановленного сернокислым гидразином. Предварительно мышьяк выделяют на гидроксиде железа из аммиачной среды, затем экстракцией четыреххлористым углеродом в виде йодидного комплексного соединения из солянокислой среды.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 600 до 850 нм.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие плотные фильтры.

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 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:3 и 1:15.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, при необходимости очищенный, или по ГОСТ 24147, разбавленный 1:19.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 0,04 г/см^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор массовой концентрации 0,01 г/см^3.

Аммоний молибденовокислый перекристаллизованный готовят следующим образом: навеску молибденовокислого аммония массой 70,0 г помещают в стакан вместимостью 600 или 1000 см^3, приливают 400 см^3 дистиллированной воды, растворяют при нагревании от 70 °С до 80 °С, фильтруют через фильтр (белая или синяя лента), нагревают и фильтруют еще раз. К горячему раствору приливают 250 см^3 этилового спирта, охлаждают, выдерживают не менее 1 ч и отфильтровывают кристаллический осадок на фарфоровую фильтрующую воронку. Осадок промывают два-три раза этиловым спиртом по 20—30 см^3 и высушивают на воздухе.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор массовой концентрации гидразина сернокислого 0,0015 г/см^3.

Реакционную смесь готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 приливают 50 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 5 см^3 сернокислого гидразина и доводят до метки дистиллированной водой.

Железо карбонильное по [2] или другое железо, содержащее не менее 99,9 % основного вещества.

Раствор массовой концентрации железа 0,01 г/см^3 готовят следующим образом: навеску железа массой 10,000 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, приливают по 20—25 см^3 от 150 до 200 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Для приготовления раствора железа допускается использовать другие вещества, обеспечивающие установленное значение контрольного опыта.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации калия марганцовокислого 0,01 г/см^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Раствор массовой концентрации калия йодистого 0,02 г/см^3 в соляной кислоте готовят следующим образом: навеску йодистого калия массой 10,0 г помещают в стакан вместимостью 600 или 1000 см^3, растворяют в 500 см^3 соляной кислоты, переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см^3, приливают 25 см^3 четыреххлористого углерода, встряхивают 2 мин, органическую фазу отбрасывают и повторяют экстракцию.

Промывной раствор готовят следующим образом: смешивают 3 объема раствора йодистого калия и 1 объем дистиллированной воды.

Титан губчатый по ГОСТ 17746.

Раствор массовой концентрации титана 0,02 г/см^3 готовят следующим образом: навеску губчатого титана массой 2,000 г помещают в колбу вместимостью 250 см^3 с обратным холодильником, приливают 40 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Мышьяк по [3].

Натрий ортоарсенит по [4].

Мышьяка (III) оксид.

Растворы мышьяка известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации мышьяка 0,0001 г/см^3 из мышьяка готовят следующим образом: навеску мышьяка массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют сначала без нагревания, затем нагревают до полного растворения навески мышьяка, приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают от 40 до 50 см^3 дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор А массовой концентрации мышьяка 0,0001 г/см^3 из оксида мышьяка (III) готовят следующим образом: навеску оксида мышьяка (III) массой 0,1320 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, дистиллированную воду до объема 40 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 40 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3, доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор А массовой концентрации мышьяка 0,0001 г/см^3 из ортоарсенита натрия готовят следующим образом: навеску ортоарсенита натрия массой 0,2560 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 40 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации мышьяка 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 серной кислотой, разбавленной 1:15.

4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см^3 переносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б, приливают дистиллированную воду до объема 30 см^3, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски, 4 см^3 реакционной смеси. Колбы с растворами помещают на кипящую водяную баню, выдерживают 15 мин, охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют светопоглощение градуировочных растворов в соответствии с 4.4.

Масса мышьяка в градуировочных растворах составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000030; 0,000040 и 0,000050 г.

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

4.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 5,000 г (при массовой доле мышьяка не более 0,0010 %) или массой 0,500 г (при массовой доле мышьяка свыше 0,0010 %) помещают в стакан вместимостью 400 или 500 см^3, приливают от 50 до 60 см^3 или от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, упаривают до объема от 10 до 15 см^3, приливают дистиллированную воду до объема от 100 до 150 см^3, 2,0 см^3 раствора железа, нагревают от 60 °С до 70 °С, приливают от 7 до 10 см^3 аммиака. Раствор при перемешивании переносят в стакан вместимостью 600 см^3, в который предварительно помещают 1,5 г хлористого аммония и 100 см^3 аммиака. Стакан, в котором проводилось растворение, промывают два-три раза аммиаком, разбавленным 1:19. Раствор с осадком выдерживают 20—30 мин в теплом месте и фильтруют осадок на фильтр (красная или белая лента).

Растворяют осадок в 20 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая фильтрат в стакан, в котором проводилось выпаривание, промывают фильтр 20 см^3 горячей дистиллированной водой.

Добавляют по каплям раствор титана до обесцвечивания раствора и дополнительно 2—3 капли.

Переносят раствор в делительную воронку вместимостью 250 см^3, приливают от 80 до 90 см^3 раствора йодистого калия (молярная концентрация соляной кислоты в делительной воронке должна быть не менее 9 моль/дм^3), 30 см^3 четыреххлористого углерода и встряхивают делительную воронку 2 мин. Органическую фазу сливают в делительную воронку вместимостью 100 см^3, а к водной фазе приливают 15 см^3 четыреххлористого углерода и повторяют экстракцию. Органические фазы объединяют, а водную фазу отбрасывают.

К объединенной органической фазе приливают 20 см^3 промывного раствора, встряхивают воронку 30 с. Водную фазу отбрасывают, а к органической фазе приливают 15 см^3 дистиллированной воды и встряхивают делительную воронку 2 мин. Органическую фазу сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см^3, а водную фазу переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Реэкстракцию дистиллированной водой повторяют, органическую фазу отбрасывают, а водную фазу присоединяют к раствору в мерной колбе.

В колбу добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски и 4 см^3 реакционной смеси, помещают колбу с раствором на кипящую водяную баню, выдерживают 15 мин, охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют светопоглощение раствора пробы на спектрофотометре при длине волны 610 или 840 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 590 до 640 или от 820 до 860 нм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду.

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса мышьяка в растворе пробы, г;

M_K — масса мышьяка 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 мышьяка	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	0,00008	0,00006
0,00030	0,00006	0,00007	0,00012	0,00008
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00015	0,00018	0,00030	0,00021
0,0030	0,0005	0,0006	0,0010	0,0007
0,0050	0,0007	0,0008	0,0014	0,0010
0,0100	0,0010	0,0012	0,0020	0,0014

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 193,7 нм резонансного излучения атомами мышьяка, 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 мышьяка.

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.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

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

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта, например [6], с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей мышьяка не более 0,0001 %.

Мышьяк по [3].

Натрий ортоарсенит по [4].

Мышьяка (III) оксид.

Растворы мышьяка известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации мышьяка 0,0001 г/см^3 из мышьяка готовят следующим образом: навеску мышьяка массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют сначала без нагревания, затем нагревают до полного растворения, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор А массовой концентрации мышьяка 0,0001 г/см^3 из оксида мышьяка (III) готовят следующим образом: навеску оксида мышьяка (III) массой 0,1320 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, приливают дистиллированную воду до объема 40 см^3, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 100 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор А массовой концентрации мышьяка 0,0001 г/см^3 из ортоарсенита натрия готовят следующим образом: навеску ортоарсенита натрия массой 0,2560 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют соль в 50 см^3 дистиллированной воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации мышьяка 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 мышьяка 0,000002 г/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 20 см^3 раствора Б и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

5.3 Подготовка к анализу

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

Навески никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта растворяют при нагревании в объеме от 15 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, 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 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора В. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий мышьяк, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

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

5.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли мышьяка свыше 0,0010 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят по 10 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 5.3.1, приливают 0,5; 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 мышьяк, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса мышьяка в градуировочных растворах указана в 5.3.1.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой 1,000 г помещают в стакан 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, доводят до метки дистиллированной водой.

При массовой доле мышьяка свыше 0,0010 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят аликвотную часть раствора объемом 10 см^3 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 193,7 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, вводимый в атомизатор, от 0,010 до 0,050 см^3 или оптимальное время аэрозольного распыления раствора 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 5.3.

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 150 до 160 включ.	От 2 до 20 включ.
Озоление	» 400 » 600 »	» 10 » 20 »
Атомизация	» 2300 » 2400 »	» 4 » 5 »

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

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_X — масса мышьяка 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 6-09-1678—95*	Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)
[2]	ТУ 6-09-05808009-262—92*	Железо карбонильное ОСЧ 13-2, ОСЧ 6-2
[3]	ТУ 113-12-112—89	Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений ос. ч.
[4]	ТУ 6-09-28-01—81	Натрий ортоарсенит 1-водный
[5]	МСО 1348—2007	СО состава оксида никеля (комплект ОКН)
[6]	МСО 1664—2010	СО состава оксида кобальта (комплект ОК)

* Действует на территории Российской Федерации.

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

Ключевые слова: никель, кобальт, мышьяк, 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 *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 09.09.2015. Подписано в печать 22.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 36 экз. Зак. 3052.

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

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

gost.e-ecolog.ru