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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13047.1— 2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Общие требования к методам анализа

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 13047.1—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.1—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 2
4 Требования безопасности 5
Библиография 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Общие требования к методам анализа

Nickel. Cobalt. General requirements for methods of analysis

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на первичный никель по ГОСТ 849, никелевый порошок по ГОСТ 9722, кобальт по ГОСТ 123 и кобальтовый порошок по ГОСТ 9721 и устанавливает общие требования к методам химического анализа и требования безопасности при проведении химического анализа первичного никеля, никелевого порошка, кобальта и кобальтового порошка.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.016—79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.002—75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.019—80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 6012—2011 Никель. Методы химико-атомно-эмиссионного спектрального анализа

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8776—2010 Кобальт. Методы химико-атомно-эмиссионного спектрального анализа

ГОСТ 9721—79 Порошок кобальтовый. Технические условия

ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия

ГОСТ 13047.4—2014 Никель. Кобальт. Методы определения кобальта в никеле

ГОСТ 13047.5—2014 Никель. Кобальт. Методы определения никеля в кобальте

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 13047.12—2014 Никель. Кобальт. Методы определения сурьмы

ГОСТ 13047.14—2014 Никель. Кобальт. Методы определения висмута

ГОСТ 13047.17—2014 Никель. Кобальт. Методы определения железа

ГОСТ 13047.18—2014 Никель. Кобальт. Методы определения мышьяка

ГОСТ 13047.21—2014 Никель. Кобальт. Методы определения марганца

ГОСТ 13047.22—2014 Никель. Кобальт. Методы определения таллия в никеле

ГОСТ 13047.25—2014 Никель. Кобальт. Методы определения селена в никеле

ГОСТ 23148—98 Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб

ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24231—80 Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа

ГОСТ 25086—2011 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

СТ СЭВ 543—77 Числа. Правила записи и округления

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

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнениями.

3.2 Отбор и подготовку проб первичного никеля проводят по ГОСТ 24231 и ГОСТ 849, кобальта — по ГОСТ 24231 и ГОСТ 123, никелевого и кобальтового порошков — по ГОСТ 23148, ГОСТ 9721 и ГОСТ 9722.

3.3 При взвешивании применяют лабораторные весы специального и высокого классов точности любого типа по ГОСТ 24104. Допускаемая погрешность взвешивания установлена в стандартах на методы анализа путем указания разряда в числовом значении массы навески.

3.4 При прокаливании и сплавлении проб и реактивов применяют муфельные лабораторные печи, обеспечивающие нагревание до температуры 1200 °С. При высушивании проб и реактивов применяют лабораторные сушильные печи, обеспечивающие нагревание до температуры 250 °С. Для растворения и выпаривания растворов применяют электрические плиты с закрытой спиралью, обеспечивающие нагревание до температуры 350 °С.

3.5 Термин «теплый» означает, что раствор должен иметь температуру от 40 °С до 75 °С. Термин «охлаждают» означает, что раствор должен иметь температуру от 15 °С до 25 °С.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

3.6 Для измерения промежутка времени менее 5 мин применяют песочные часы и секундомеры, более 5 мин — таймеры и часы любого типа.

3.7 При проведении анализа проб выполняют два параллельных определения для навесок, взятых из одной пробы, а при разногласиях в оценке химического состава продукции между поставщиком и потребителем — три параллельных определения.

3.8 Для приготовления растворов реактивов используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 с дополнительной очисткой через фильтры с ионообменной смолой.

3.9 Условия хранения и использования растворов определяемых элементов известной концентрации — по ГОСТ 4212, если в стандартах, регламентирующих методы анализа, не предусмотрены другие условия.

3.10 Для приготовления растворов элементов известной концентрации допускается использовать государственные стандартные образцы состава раствора ионов этих элементов.

3.11 Требования, регламентирующие качество используемой стеклянной лабораторной посуды, изложены в ГОСТ 23932.

3.12 Требования, регламентирующие качество используемой стеклянной лабораторной мерной посуды, изложены в ГОСТ 1770.

3.13 При определении массовых долей примесных элементов одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Контрольный опыт считают проведенным удовлетворительно, если его результат не превышает половины аналитического сигнала первой точки градуировочного графика, указанной в стандартах на методы анализа. В противном случае при проведении анализа используют реактивы особой чистоты или дополнительно очищенные.

При использовании атомно-абсорбционных методов анализа контрольный опыт проводят с введением той же пробы никеля или кобальта, которую используют при приготовлении градуировочных растворов и масса которой равна массе навески анализируемой пробы.

Другие условия проведения контрольного опыта и его учета при расчете результата анализа приведены в стандартах, регламентирующих методы анализа.

3.14 Для никеля и кобальта, используемых при приготовлении градуировочных растворов в атомно-абсорбционных методах анализа, производят предварительную оценку содержания примесных элементов. Для этого используют ГОСТ 8776, ГОСТ 6012, спектрофотометрические методы, изложенные в ГОСТ 13047.4, ГОСТ 13047.5, ГОСТ 13047.8—ГОСТ 13047.10, ГОСТ 13047.12, ГОСТ 13047.14, ГОСТ 13047.17, ГОСТ 13047.18, ГОСТ 13047.21, ГОСТ 13047.22, ГОСТ 13047.25, и метод добавок раствора известной концентрации определяемого элемента. Масса добавки элемента должна соответствовать массе этого элемента в первом градуировочном растворе, указанной в соответствующем стандарте на метод атомно-абсорбционного анализа.

При применении метода добавок пробы никеля и кобальта признают пригодными к использованию, если значение измеренной величины абсорбции для пробы без добавки не превышает половины значения измеренной величины абсорбции для пробы с добавкой. В противном случае пробы никеля и кобальта заменяют новыми.

3.15 При использовании спектрофотометрических методов анализа толщину поглощающего слоя кюветы подбирают таким образом, чтобы обеспечить проведение измерений в оптимальном диапазоне значений оптической плотности для применяемого средства измерения.

3.16 При использовании атомно-абсорбционных методов анализа при условии достижения метрологических характеристик, указанных в стандартах, регламентирующих методы анализа, допускается:

- использовать градуировочные растворы с введением нескольких определяемых элементов;
- изменять диапазон содержания определяемых элементов в градуировочных растворах при условии соблюдения линейности градуировочного графика;
- использовать при проведении измерений абсорбции другие резонансные спектральные линии;
- использовать автоматизированные системы построения градуировочных графиков, проводить измерения в автоматическом режиме с выдачей результата анализа на печатающем устройстве автоматизированного спектрометра;
- последовательно определять несколько элементов из одной навески пробы после ее разложения и соответствующего разбавления раствора пробы таким образом, чтобы масса определяемого элемента в нем находилась в диапазоне значений градуировочного графика.

3.17 Проверку приемлемости результатов двух или трех определений, полученных в условиях повторяемости, проводят путем сравнения расхождения максимального и минимального результатов

параллельных определений с пределом повторяемости r. Результат анализа вычисляют как среднее арифметическое результатов параллельных определений, если выполняется условие

$$X_{max} - X_{min} \le r, \quad (1)$$

где $r = 2{,}77\sigma_r$ — предел повторяемости для двух параллельных определений и $r = 3{,}31\sigma_r$ — предел повторяемости для трех параллельных определений для уровня вероятности 95 %;

σ_r — среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов параллельных определений.

При невыполнении условия (1) анализ повторяют для получения еще одного или двух результатов параллельных определений.

Если при выполнении четырех определений диапазон ($X_{max} - X_{min}$) результатов четырех определений равен или меньше по значению критического диапазона $CR_{0,95}(4)$ для уровня вероятности 95 %, то в качестве окончательного результата должно фиксироваться среднее арифметическое значение результатов четырех определений.

Значение критического диапазона $CR_{0,95}(4)$ для четырех параллельных определений рассчитывают по формуле

$$CR_{0,95}(4) = 3{,}63\sigma_r, \quad (2)$$

где σ_r — СКО результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости.

В исключительных случаях, если диапазон результатов четырех определений больше критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, то поступают следующим образом: выясняют причины превышения критического диапазона и повторяют анализ на пробах, полученных при повторном пробоотборе. Если и в этом случае диапазон результатов четырех определений больше критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, то допускается фиксировать медиану результатов четырех определений:

$$X = \text{med}\{X_1 + X_2 + X_3 + X_4\} = \text{med}\{X_{min} + X_2 + X_3 + X_{max}\} = \frac{X_2 + X_3}{2} \quad (3)$$

в качестве ориентировочного значения массовой доли элемента в пробе. Это значение приводят без указания на неопределенность измерений.

Результат анализа в документах, его использующих, представляют в виде: X или $X \pm U$ при $k = 2$, где k — коэффициент охвата по рекомендациям [1]. В случае представления результата анализа в виде X приводят ссылку на документ, устанавливающий U — значение расширенной неопределенности (границы суммарной погрешности) результата анализа.

Нормативы контроля прецизионности — пределы повторяемости для двух и трех результатов параллельных определений, предел воспроизводимости двух результатов анализа и показатель контроля точности — расширенная неопределенность результатов анализа — приводятся в каждом стандарте на все определяемые элементы в никеле и кобальте. Для промежуточных значений массовой доли элементов значения метрологических характеристик находят методом линейной интерполяции.

3.18 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение расширенной неопределенности U, указанное в стандартах на методы анализа.

При составлении документа о качестве продукции на основании результатов анализа допускается представлять значение массовой доли элемента с тем же количеством значащих цифр, что и в таблицах химического состава в ГОСТ 849, ГОСТ 9722, ГОСТ 123 и ГОСТ 9721.

3.19 Правила округления чисел должны соответствовать требованиям СТ СЭВ 543.

3.20 Внутрилабораторный контроль качества результатов анализа осуществляют, выполняя следующие процедуры:

а) контроль погрешности по стандартным образцам состава никеля, кобальта, никелевого и кобальтового порошков;

б) контроль погрешности с использованием метода разбавления пробы и метода добавок;

в) контроль стабильности результатов анализа с применением контрольных карт для систематической погрешности, средних значений, расхождений в условиях повторяемости;

г) контроль стабильности градуировочного графика.

Конкретные процедуры, периодичность их выполнения, а также указания по маркировке (шифровке) проб для контроля регламентируются в документах лаборатории.

Наряду с указанными процедурами лаборатории могут подтверждать точность результатов анализа, участвуя в межлабораторных сравнительных испытаниях.

4 Требования безопасности

Анализ никеля и кобальта следует проводить в соответствии с нормативными документами, регламентирующими требования по безопасному ведению работ в лабораториях аналитического контроля.

4.1 Все работы следует проводить на приборах и электроустановках, соответствующих требованиям ГОСТ 12.2.007.0 и правилам устройства электроустановок [2].

4.2 При эксплуатации приборов и электроустановок необходимо соблюдать требования ГОСТ 12.3.019 и правил [3], [4].

4.3 Все приборы и электроустановки должны быть снабжены устройствами для заземления в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.030. Заземление должно соответствовать правилам [2].

4.4 Помещения лаборатории должны иметь общеобменную приточно-вытяжную вентиляцию по ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и [5], иметь средства огнетушения по ГОСТ 12.4.009.

4.5 При работе с горючими и взрывоопасными газами следует соблюдать требования по ГОСТ 12.1.010, ГОСТ 12.1.004 и [6].

4.6 При проведении химического анализа никеля, кобальта и никелевого и кобальтового порошков используют реактивы и материалы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, щелочи и органические растворители. Их содержание в воздухе рабочей зоны должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

4.7 Хранение и использование реактивов и материалов, обладающих опасными и вредными свойствами, должны соответствовать требованиям, регламентированным в нормативных документах на эти реактивы и материалы.

4.8 Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.016.

4.9 Утилизацию, обезвреживание и уничтожение вредных отходов от проведения химического анализа никеля, кобальта и никелевого и кобальтового порошков следует проводить в соответствии с санитарными правилами [7].

4.10 Организация обучения работающего персонала требованиям безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.11 Требования к профессиональному отбору и проверке знаний работающего персонала — по ГОСТ 12.3.002.

4.12 Персонал лаборатории должен быть обеспечен бытовыми помещениями по группе производственных процессов IIIа согласно [8].

4.13 Персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты по [9].

Библиография

[1] РМГ 43—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений». Введен в действие постановлением Госстандарта России от 26.03.2003 № 96-ст

[2] Правила устройства электроустановок. Утверждены приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 08.07.2002 № 204

[3] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей. Утверждены приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 13.01.2003 № 6

[4] ПОТ РМ-016—2001 РД 153-34.0-03.150—00 Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности при эксплуатации электроустановок. Утверждены приказом Министерства энергетики Российской Федерации 27.12.2000 № 163 и постановлением Министерства труда и социального развития Российской Федерации от 05.01.2001 № 3 (с изменениями от 18.02.2003)

[5] Федеральный закон от 22 июля 2008 г. № 123-ФЗ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности»

[6] ПБ 03-576—2003 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением. Утвержденные постановлением Госгортехнадзора России от 11 июня 2003 г. № 91

[7] СанПин 2.1.7.1322—2003 Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления. Утвержденные постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 30.04.2003 № 80

[8] СНиП 2.09.04—87 Строительные нормы и правила. Административные и бытовые здания

[9] Типовые отраслевые нормы бесплатной выдачи работникам специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты. Утверждены постановлением Минтруда России от 16.12.1997 № 63 (с изменениями от 17.12.2001, 26.04.2004 и 16.03.2010)

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

Ключевые слова: никель, кобальт, химический анализ, общие требования, реактив, раствор, требования безопасности

Редактор *Г.В. Зотова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

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. 0,90. Тираж 38 экз. Зак. 3051.

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

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

gost.e-ecolog.ru