МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения углерода

Издание официальное

БЗ 3—99/24

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 13047.6—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.2—81, ГОСТ 741.3—80

© 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 Кулонометрический метод 1
4.1 Метод анализа 1
4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 2
4.3 Подготовка к анализу 2
4.4 Проведение анализа 2
4.5 Обработка результатов анализа 2
4.6 Контроль точности анализа 2
5 Метод инфракрасной спектрометрии 3
5.1 Метод анализа 3
5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 3
5.3 Подготовка к анализу 3
5.4 Проведение анализа 3
5.5 Обработка результатов анализа 3
5.6 Контроль точности анализа 3
Приложение А Библиография 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения углерода

Nickel. Cobalt. Methods for determination of carbon

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает кулонометрический метод и метод инфракрасной спектрометрии для определения углерода при массовой доле от 0,003 % до 0,50 % в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722, кобальте по ГОСТ 123, кобальтовом порошке по ГОСТ 9721.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9721—79 Порошок кобальтовый. Технические условия

ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия

ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 16539—79 Меди (II) оксид. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

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

4 Кулонометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении количества электричества, необходимого для достижения первоначального заданного pH поглотительного раствора, через который проходит оксид углерода (IV), образующийся при сжигании пробы в токе кислорода при температуре 1300—1400 °С.

Издание официальное

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

Экспресс-анализатор на углерод, основанный на методе кулонометрического титрования, со всеми принадлежностями, в том числе с автоматическими весами (корректором массы).

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147, прокаленные при температуре 1000—1100 °С и, при необходимости, прокаленные в токе кислорода при рабочей температуре не менее 1,5 мин.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые длиной 65—80 см внутренним диаметром 1,8—2,2 см.

Крючок из жаропрочной низкоуглеродистой стали диаметром 0,3—0,5 см длиной 50—60 см.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Растворы поглотительный и вспомогательный готовят в соответствии с типом применяемого анализатора по инструкции, прилагаемой к анализатору.

Плавни: медь по ГОСТ 859 в виде стружки или проволоки; оксид меди (II) по ГОСТ 16539, предварительно прокаленный в течение 3—4 ч при температуре 800—850 °С; олово по ГОСТ 860 и другие материалы, обеспечивающие сжигание пробы и значение контрольного опыта, указанное в 4.3.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315 состава никеля, кобальта или сплавов на их основе и на основе железа с аттестованной массовой долей углерода.

4.3 Подготовка к анализу

Подготовку анализатора к работе и его градуировку проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. Для градуировки используют стандартные образцы состава никеля, кобальта или сплавов на их основе и на основе железа.

Для проведения контрольного опыта в лодочку помещают навеску плавня такой массой, какую используют при анализе пробы, и проводят анализ, как указано в 4.4.

Допускается для введения плавня применять дозирующие приспособления.

Контрольный опыт считают удовлетворительным, если показание массовой доли углерода на цифровом табло анализатора не превышает значения погрешности метода анализа, указанного в 4.6 для определяемой массовой доли углерода.

При неудовлетворительном результате контрольного опыта рекомендуется прокалить лодочки, как указано в 4.2, а плавень в виде металла промыть ацетоном и высушить при температуре 20—30 °С. Допускается использовать другие летучие органические растворители, обеспечивающие требуемые значения контрольного опыта.

4.4 Проведение анализа

В фарфоровую лодочку помещают навеску пробы массой 0,200—1,000 г и добавляют плавень, масса которого должна быть одинаковой при проведении контрольного опыта, градуировки и анализа. При помощи крючка вводят лодочку в печь при температуре 1300—1400 °С в наиболее нагретую часть огнеупорной трубки и проводят сжигание в токе кислорода в течение 1,5—3,0 мин.

При неудовлетворительной сходимости результатов параллельных определений допускается пробу, отобранную в виде стружки, перед проведением анализа промыть ацетоном, как указано в 4.3 для плавня.

4.5 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{M_0(A_x - A_к)}{M}, \quad (1)$$

где M_0 — масса навески стандартного образца, используемого при градуировке анализатора, г;

A_x — показание цифрового табло анализатора, полученное при анализе пробы, %;

$A_к$ — среднеарифметическое значение показаний анализатора при проведении контрольного опыта, %;

M — масса навески пробы, г.

При использовании анализатора с корректором массы массовую долю углерода в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = A_x - A_к. \quad (2)$$

4.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

Массовая доля углерода	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
0,0030	0,0008	0,0010	0,0012	0,0010
0,0050	0,0014	0,0017	0,0021	0,0015
0,010	0,003	0,004	0,005	0,003
0,030	0,005	0,006	0,008	0,006
0,050	0,008	0,010	0,012	0,008
0,100	0,015	0,018	0,023	0,016
0,300	0,020	0,024	0,030	0,021
0,50	0,03	0,04	0,05	0,04

5 Метод инфракрасной спектрометрии

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения газообразного оксида углерода (IV) в инфракрасной области спектра после выделения его из металла сжиганием в индукционной высокочастотной печи в токе кислорода.

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

Автоматизированный анализатор, основанный на принципе инфракрасной спектрометрии, с индукционной высокочастотной печью и весами для учета массы навески.

Тигли огнеупорные керамические, предоставляемые в комплекте с анализатором, или аналогичного типа, при необходимости прокаленные при температуре 1100—1200 °С в течение 3—4 ч.

Плавни: плавни, предоставляемые в комплекте с анализатором фирмой-изготовителем; медь по ГОСТ 859 в виде стружки или проволоки; вольфрам по [1]; железо карбонильное по [2] и другие материалы, обеспечивающие сжигание пробы и значение контрольного опыта, указанное в 5.3.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315 состава никеля, кобальта или сплавов на их основе и на основе железа с аттестованной массовой долей углерода.

5.3 Подготовка к анализу

Подготовку анализатора к работе и его градуировку проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. Для градуировки используют стандартные образцы состава никеля, кобальта или сплавов на их основе и на основе железа.

Для проверки значения контрольного опыта в тигель помещают навеску плавня такой массой, какую используют при анализе проб, и проводят анализ, как указано в 5.4.

Допускается для введения плавня применять дозирующие приспособления.

Контрольный опыт считают удовлетворительным, если показание массовой доли углерода на цифровом табло анализатора не превышает значения погрешности метода анализа, указанного в разделе 4.6 для определяемой массовой доли углерода.

При неудовлетворительном результате контрольного опыта рекомендуется прокалить тигли, как указано в 5.2, а плавень в виде металла промыть ацетоном и высушить при температуре 20—30 °С. Допускается использовать другие летучие органические растворители, обеспечивающие требуемые значения контрольного опыта.

5.4 Проведение анализа

В тигель помещают навеску пробы массой 0,200—1,000 г, добавляют плавень, масса которого должна быть одинаковой при проведении контрольного опыта, градуировки и анализа, и проводят анализ, как указано в инструкции, прилагаемой к анализатору. При неудовлетворительной сходимости результатов параллельных определений допускается пробу, отобранную в виде стружки, перед проведением анализа промыть ацетоном, как указано в 5.3 для плавня.

5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю углерода в процентах с автоматическим учетом значения контрольного опыта считывают с табло или принтера анализатора.

5.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 48-19-30—91 Штабики вольфрамовые сварные
[2] ТУ 6-09-05808009-262—92* Железо карбонильное ос.ч. 13-2, ос.ч. 6-2

* Действует на территории Российской Федерации.

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

Ключевые слова: никель, кобальт, углерод, 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 *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

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. 0,55. Тираж 261 экз. С 8575. Зак. 1018.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru