МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения никеля в кобальте

Издание официальное

БЗ 3—99/23

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 13047.5—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 741.5—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 Спектрофотометрический метод 2
4.1 Метод анализа 2
4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 2
4.3 Подготовка к анализу 2
4.4 Проведение анализа 3
4.5 Обработка результатов анализа 3
4.6 Контроль точности анализа 4
5 Атомно-абсорбционный метод 4
5.1 Метод анализа 4
5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 4
5.3 Подготовка к анализу 5
5.4 Проведение анализа 5
5.5 Обработка результатов анализа 6
5.6 Контроль точности анализа 6
Приложение А Библиография 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения никеля в кобальте

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of nickel in cobalt

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения никеля при массовой доле от 0,001 % до 0,60 % в кобальте по ГОСТ 123 и в кобальтовом порошке по ГОСТ 9721.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 123 —98 Кобальт. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 5828—77 Диметилглиоксим. Технические условия
ГОСТ 5845—79 Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 9721—79 Порошок кобальтовый. Технические условия
ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 20478—75 Аммоний надсернокислый. Технические условия
ГОСТ 22280—76 Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия
ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа 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 440 нм раствора комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом после предварительного выделения его экстракцией хлороформом.

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

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

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, при необходимости по ГОСТ 14261, разбавленная 1:24.

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

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

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

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

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280, раствор массовой концентрации 0,03 г/см^3.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, 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 этиловом спирте и раствор массовой концентрации 0,01 г/см^3 в растворе гидроокиси натрия.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или фармакопейный по [1].

Универсальная индикаторная бумага по [2].

Фильтры обеззоленные по [3] или другие средней плотности.

Никель первичный по ГОСТ 849.

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Растворы никеля известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации никеля 0,0005 г/см^3: в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску первичного никеля или карбонильного никелевого порошка массой 0,5000 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через фильтр (красная или белая лента), предварительно промытый 2—3 раза раствором азотной кислоты, разбавленной 1:9, фильтр промывают 2—3 раза горячей водой. К раствору приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают. К остатку приливают 60—70 см^3 воды, растворяют соли при нагревании, охлаждают раствор, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации никеля 0,00005 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А, приливают 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, доливают до метки водой.

Раствор В массовой концентрации никеля 0,00001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 20 см^3 раствора Б, доливают до метки водой.

4.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора В, доливают воду до 25—30 см^3, приливают 10 см^3 раствора виннокислого калия-натрия, 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, 10 см^3 раствора надсернокислого аммония, 10 см^3 раствора диметилглиоксима в гидроокиси натрия, доливают до метки водой и проводят измерения, как указано в 4.4.6.

Масса никеля в растворах для построения градуировочного графика составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000040; 0,000060; 0,000080; 0,000100 г.

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

4.4 Проведение анализа

4.4.1 В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 0,500 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают раствор до объема 5—6 см^3.

4.4.2 При массовой доле никеля не более 0,020 % к остатку приливают воду до 100—120 см^3, 5 см^3 раствора лимоннокислого натрия, 5—6 г хлористого аммония, 20 см^3 аммиака, 4 см^3 пероксида водорода и кипятят в течение 8—10 мин. Раствор охлаждают, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до pH 8—9 по универсальной индикаторной бумаге и переводят в делительную воронку вместимостью 500 см^3. Доливают объем раствора водой до 200 см^3, приливают 120 см^3 раствора диметилглиоксима в этиловом спирте, 20 см^3 хлороформа, встряхивают делительную воронку 1 мин и далее поступают, как указано в 4.4.5 и 4.4.6.

4.4.3 При массовой доле никеля от 0,02 % до 0,20 % к остатку приливают 60—70 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой. Аликвотную часть раствора объемом 25 см^3 отбирают в стакан вместимостью 250 см^3, доливают воду до объема 70—80 см^3, добавляют 5 см^3 раствора лимоннокислого натрия, 2—3 г хлористого аммония, 15 см^3 раствора аммиака, 2 см^3 пероксида водорода и кипятят в течение 8—10 мин. Раствор охлаждают, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до pH 8—9 по универсальной индикаторной бумаге и переводят в делительную воронку вместимостью 250 см^3 . Приливают 50 см^3 раствора диметилглиоксима в этиловом спирте, 20 см^3 хлороформа, встряхивают делительную воронку 1 мин и далее поступают, как указано в 4.4.5 и 4.4.6.

4.4.4 При массовой доле никеля свыше 0,20 % к остатку приливают 60—70 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой. Аликвотную часть раствора объемом 5 см^3 отбирают в стакан вместимостью 100 см^3, доливают воду до объема 20 см^3, приливают 5 см^3 раствора лимоннокислого натрия, нейтрализуют аммиаком до pH 8—9 по универсальной индикаторной бумаге. Подготовленный раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 15 см^3 раствора диметилглиоксима в этиловом спирте, 20 см^3 хлороформа, встряхивают делительную воронку 1 мин.

4.4.5 Нижний органический слой сливают в делительную воронку вместимостью 100 см^3, к водной фазе приливают 20 см^3 хлороформа и повторяют экстракцию. Органические фазы объединяют, а водную — отбрасывают.

К объединенной органической фазе приливают аммиак, разбавленный 1:19, последовательно порциями 15, 10, 5 см^3 и промывают до обесцвечивания раствора, встряхивая воронку 10—15 раз.

К промытой органической фазе приливают 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:24, и встряхивают воронку в течение 1 мин. Органическую фазу сливают в другую делительную воронку, а водную фазу — в стакан вместимостью 100 см^3. Реэкстракцию повторяют с использованием 15 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:24, водную фазу сливают в тот же стакан, органическую фазу отбрасывают.

К объединенным водным фазам приливают 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют в 2—3 приема по каплям 0,5 см^3 раствора азотной кислоты для разрушения остатков органических соединений, после чего вновь выпаривают до паров серной кислоты. К охлажденному остатку приливают 10—15 см^3 воды, нагревают до растворения солей, вновь охлаждают.

4.4.6 Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора винокислого калия-натрия, 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, 10 см^3 раствора надсернокислого аммония, 10 см^3 раствора диметилглиоксима в гидроокиси натрия, доливают до метки водой.

Через 5—7 мин измеряют светопоглощение раствора на спектрофотометре при длине волны 440 нм или на фотоэлектроколориметре в области длин волн 420—460 нм. В качестве раствора сравнения используют раствор, подготовленный, как указано в 4.3.

Массу никеля в растворе находят по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{(M_т - M_к)}{M} K\ 100, \qquad (1)$$

где $M_т$— масса никеля в растворе пробы, г;

$M_к$ — масса никеля в растворе контрольного опыта, г;

M — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы.

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 никеля	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
0,0010	0,0002	0,0003	0,0004	0,0003
0,0020	0,0003	0,0004	0,0006	0,0004
0,0030	0,0004	0,0005	0,0008	0,0006
0,0050	0,0006	0,0007	0,0012	0,0008
0,0100	0,0010	0,0012	0,0020	0,0015
0,020	0,0020	0,0020	0,0040	0,0030
0,030	0,0030	0,0040	0,0060	0,004
0,050	0,0050	0,0060	0,0100	0,007
0,100	0,0070	0,0080	0,0140	0,010
0,200	0,0100	0,0120	0,0200	0,015
0,300	0,015	0,020	0,030	0,020
0,500	0,020	0,030	0,040	0,030
0,60	0,03	0,04	0,06	0,04

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 232,0 или 231,1 нм резонансного излучения атомами никеля, образующимися в результате атомизации при введении раствора пробы в пламя ацетилен-воздух.

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

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

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии никеля.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [3] или другие средней плотности.

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

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей никеля не более 0,001 %.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или никель первичный по ГОСТ 849.

Растворы никеля известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации никеля 0,001 г/см^3: в стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску первичного никеля или карбонильного никелевого порошка массой 1,0000 г, приливают 20—25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 3—5 мин. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через фильтр (красная или белая лента), предварительно промытый 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:19, фильтр промывают 2—3 раза горячей водой. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 50 см^3 раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации никеля 0,0001 г/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 10 см^3 раствора А, приливают 10 см^3 раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей никеля не более 0,010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 5,000 г проб кобальта или стандартного образца состава кобальта с установленной массовой долей никеля. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески растворяют при нагревании в 50—60 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до объема 15—20 см^3, приливают 50—60 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, отбирают в них 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора Б, в колбу с контрольным опытом раствор никеля не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса никеля в растворах для градуировки составляет 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040; 0,00050 г.

5.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей никеля от 0,010 % до 0,050 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см^3 помещают навески массой 1,000 г проб кобальта или стандартного образца состава кобальта с установленной массовой долей никеля. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески растворяют при нагревании в 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до объема 5—7 см^3, приливают 50—60 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, отбирают в них 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 раствора Б, в колбу с раствором контрольного опыта раствор никеля не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса никеля в растворах для градуировки указана в 5.3.1.

5.3.3 Для градуировочного графика 3 при определении массовых долей никеля свыше 0,050 % в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают по 10 см^3 раствора контрольного опыта, подготовленного, как указано в 5.3.2, и вводят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 см^3 раствора Б, в колбу с раствором контрольного опыта раствор никеля не вводят, доливают до метки раствором азотной кислоты, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса никеля в растворах для градуировки составляет 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040; 0,00060 г.

5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 Условия подготовки раствора пробы

Массовая доля никеля, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см^3	Номер градуировочного графика
От 0,001 до 0,010 включ.	5,000	Весь раствор	1
Св. 0,010 » 0,050 »	1,000	То же	2
» 0,050 » 0,400 »	1,000	10	3
» 0,400 » 0,600 »	1,000	5	3

Навеску пробы массой 5,000 г растворяют при нагревании в 50—60 см^3, а массой 1,000 г — в 15—20 см^3 раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают соответственно до объема 15—20 см^3 или 5—7 см^3, приливают 40—50 см^3 воды, нагревают до кипения, охлаждают. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки водой.

При массовой доле никеля свыше 0,050 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора объемом в соответствии с таблицей 2 и доливают до метки раствором азотной кислоты, разбавленной 1:19.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине

волны 232,0 нм, ширине щели не более 0,2 нм не менее двух раз, последовательно вводя их в пламя, промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленного, как указано в 5.3.

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам никеля строят градуировочные графики.

Массу никеля в растворе пробы находят по градуировочному графику в соответствии с таблицей 2.

5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю никеля X, %, вычисляют по формуле

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

где M_x — масса никеля в растворе пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

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] ГФ X, статья 160 Хлороформ фармакопейный
[2] ТУ 6-09-1181—89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1—10 и 7—14
[3] 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 В59 ОКСТУ 1732

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

Редактор *Л.И Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Н.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *А.С. Юфина*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 31.10.2002. Подписано в печать 20.11.2002. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,85.
Тираж 150 экз. С 8564. Зак. 1017.

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