МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения никеля в никеле

Издание официальное

БЗ 3—99/20

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 13047.2—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.1—81, кроме раздела 1

© 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 2
4 Электрогравиметрический метод 2
4.1 Метод анализа 2
4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 2
4.3 Подготовка к анализу 3
4.4 Проведение анализа 3
4.5 Обработка результатов анализа 4
4.6 Контроль точности анализа 4
5 Расчетный метод 4
Приложение А Библиография 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения никеля в никеле

Nickel. Cobalt.
Methods for determination of nickel in nickel

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3769—78 Аммоний сернокислый. 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 6012—98 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—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 13047.4—2002 Никель. Кобальт. Методы определения кобальта в никеле
ГОСТ 13047.6—2002 Никель. Кобальт. Методы определения углерода
ГОСТ 13047.7—2002 Никель. Кобальт. Методы определения серы
ГОСТ 13047.8—2002 Никель. Кобальт. Метод определения кремния
ГОСТ 13047.9—2002 Никель. Кобальт. Метод определения фосфора
ГОСТ 13047.10—2002 Никель. Кобальт. Методы определения меди
ГОСТ 13047.11—2002 Никель. Кобальт. Метод определения цинка
ГОСТ 13047.12—2002 Никель. Кобальт. Методы определения сурьмы
ГОСТ 13047.13—2002 Никель. Кобальт. Методы определения свинца
ГОСТ 13047.14—2002 Никель. Кобальт. Методы определения висмута
ГОСТ 13047.15—2002 Никель. Кобальт. Метод определения олова
ГОСТ 13047.16—2002 Никель. Кобальт. Методы определения кадмия

Издание официальное

ГОСТ 13047.17—2002 Никель. Кобальт. Методы определения железа
ГОСТ 13047.18—2002 Никель. Кобальт. Методы определения мышьяка
ГОСТ 13047.19—2002 Никель. Кобальт. Метод определения алюминия
ГОСТ 13047.20—2002 Никель. Кобальт. Метод определения магния
ГОСТ 13047.21—2002 Никель. Кобальт. Методы определения марганца
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 20478—75 Аммоний надсернокислый. 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 выполнении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Электрогравиметрический метод

4.1 Метод анализа

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

Спектрофотометрический метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 440 нм 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 атомизации при введении раствора пробы в пламя ацетилен-воздух.

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

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

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, 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 420—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 или при необходимости 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.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор массовой концентрации 0,2 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.

Универсальная индикаторная бумага по [1].

Фильтры обеззоленные по [2] или другие средней плотности.

Никель первичный по ГОСТ 849.

Никелевый порошок по ГОСТ 9722.

Растворы никеля известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации никеля 0,001 г/см^3: в стакан 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 2—3 мин. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через фильтр (красная или белая лента), предварительно промытый 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, и осадок промывают 5—6 раз горячей водой и отбрасывают. К раствору приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают, к остатку приливают 80—100 см^3 воды, растворяют соли при нагревании, охлаждают, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и 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 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 10 см^3 раствора Б, доливают до метки 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 отбирают 1, 2, 4, 6, 8, 10 см^3 раствора В, приливают 10 см^3 виннокислого калия-натрия и далее поступают, как указано в 4.4.4.

Масса никеля в растворах для градуировочного графика составляет 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010 г.

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

4.3.2 Для градуировочного графика при определении массы никеля атомно-абсорбционным методом в мерные колбы вместимостью 250 см^3 отбирают 1, 2, 4, 6, 8, 10 см^3 раствора Б, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

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

4.4 Проведение анализа

4.4.1 В стакан или колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску пробы массой 1,000 г, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят раствор 2—3 мин, охлаждают, приливают 15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор до паров серной кислоты, охлаждают.

К остатку приливают 50—60 см^3 воды, добавляют 3—4 г сернокислого аммония, растворяют соли при нагревании и охлаждают. К раствору приливают при перемешивании аммиак до появления его запаха и еще 80 см^3 избыток.

Раствор с осадком выдерживают в теплом месте 25—30 мин, осадок отфильтровывают на фильтре (красная или белая лента), собирая фильтрат в стакан вместимостью 250 см^3, промывают аммиаком, разбавленным 1:9, фильтрат используют, как указано в 4.4.2.

Осадок на фильтре растворяют в 10—15 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, фильтр промывают 3—4 раза горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение. К раствору приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, приливают 20—30 см^3 воды и растворяют соли при нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и используют, как указано в 4.4.3.

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

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

4.4.3 Раствор после проведения электролиза выпаривают до объема 40—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, доливают до метки водой и определяют в растворе массу никеля спектрофотометрическим методом, как указано в 4.4.4, или атомно-абсорбционным методом, как указано в 4.4.5.

4.4.4 При использовании спектрофотометрического метода определения в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают аликвотную часть раствора, подготовленного 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, 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 градуировочного графика, в который перед приливанием растворов для образования комплексного соединения добавлено 2—3 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, и не введен раствор никеля.

Массу никеля в растворе пробы находят по градуировочному графику, построенному по 4.3.1, с учетом коэффициента разбавления раствора.

4.4.5 При использовании атомно-абсорбционного метода определения измеряют абсорбцию раствора пробы по 4.4.3 и растворов для градуировки по 4.3.2 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, подготовленного без введения раствора никеля.

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам никеля строят градуировочный график.

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

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю никеля X, %, вычисляют по формуле

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

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 метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Погрешность метода анализа Δ составляет 0,3 %. Нормативы контроля: допускаемые расхождения результатов двух или трех параллельных определений d_2 или d_3 соответственно составляют 0,2 % и 0,3 %; допускаемые расхождения двух результатов анализа D составляют 0,4 %.

5 Расчетный метод

При массовой доле никеля свыше 98,8 % массовую долю никеля 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 ее из 100 %.

Округление разности проводят до числа значащих цифр, указанных в таблицах химического состава в ГОСТ 849.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

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 В59 ОКСТУ 1732

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 04.11.2002. Подписано в печать 26.11.2002. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 258 экз. С 8634. Зак. 1060.

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