

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения цинка

Издание официальное

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 13047.11—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.8—81, ГОСТ 741.12—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 Атомно-абсорбционный метод | 1 |
| 4.1 Метод анализа | 1 |
| 4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы | 1 |
| 4.3 Подготовка к анализу | 2 |
| 4.4 Проведение анализа | 2 |
| 4.5 Обработка результатов анализа | 2 |
| 4.6 Контроль точности анализа | 3 |
| Приложение А Библиография | 3 |

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ**Метод определения цинка**

Nickel. Cobalt. Method for determination of zinc

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения цинка при массовой доле от 0,0002 % до 0,010 % в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. 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

3 Общие требования и требования безопасности

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

4 Атомно-абсорбционный метод**4.1 Метод анализа**

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 213,9 нм резонансного излучения атомами цинка, образующимися в результате атомизации при введении раствора пробы в пламя ацетилен-воздух.

4.2 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 цинка.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззолненные по [1] или другие плотные фильтры.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1, 1:9, 1:19.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля с установленной массовой долей цинка не более 0,0002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с установленной массовой долей цинка не более 0,0002 %.

Цинк по ГОСТ 3640.

Растворы цинка известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации цинка 0,0001 г/см³: в стакан или колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску цинка массой 0,1000 г, приливают 15—20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации цинка 0,00001 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора А и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для градуировочного графика 1 при определении массовых долей цинка не более 0,0020 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см³ помещают навески массой 3,000 г проб никелевого порошка или кобальта или стандартного образца состава никеля или кобальта с установленной массовой долей цинка. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 40—50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые 2—3 раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтры промывают 2—3 раза горячей водой. Растворы выпаривают до объема 15—20 см³, приливают 40—50 см³ воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³.

В колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ раствора Б, в колбу с раствором контрольного опыта раствор цинка не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса цинка в растворах для градуировки составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000040; 0,000050; 0,000060 г.

4.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей цинка свыше 0,0020 % в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают по 20 см³ раствора контрольного опыта, подготовленного, как указано в 4.3.1, вводят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ раствора Б, в одну из колб с раствором контрольного опыта раствор цинка не вводят, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса цинка в растворах для градуировки указана в 4.3.1

4.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску пробы массой 3,000 г, приливают 40—50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 15—20 см³, охлаждают. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

При массовой доле цинка свыше 0,0020 % в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора объемом 20 см³, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 213,9 нм, ширине щели не более 1,0 мм 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, подготовленный, как указано в 4.3.

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

По значению абсорбции раствора пробы находят массу цинка по соответствующему градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{M_x K}{M} 100, \quad (1)$$

где M_x — масса цинка в растворе пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

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 цинка | 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 |
|---------------------|---|---|--|-------------------------------------|
| 0,00020 | 0,00005 | 0,00006 | 0,00010 | 0,00007 |
| 0,00030 | 0,00006 | 0,00007 | 0,00012 | 0,00008 |
| 0,00050 | 0,00007 | 0,00008 | 0,00014 | 0,00010 |
| 0,00100 | 0,00010 | 0,00012 | 0,00020 | 0,00014 |
| 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 | 0,0014 |

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

- [1] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)

* Действует на территории Российской Федерации.

Ключевые слова: никель, кобальт, цинк, 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 *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *А.И. Золотаревой*

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. 0,43.
Тираж 257 экз. С 8576. Зак. 1024.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
[http:// www.standards.ru](http://www.standards.ru) e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 105062 Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102