

ГОСТ 13047.3—2002

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения кобальта в кобальте

Издание официальное

БЗ 3—99/21

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
М и н с к

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 13047.3—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 741.80, 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 | 1 |
| 4 Электрогравиметрический 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 Расчетный метод | 4 |
| Приложение А Библиография. | 4 |

к ГОСТ 13047.3—2002 Никель. Кобальт. Методы определения кобальта в кобальте

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|-------------------------|-------------------|--------------------|
| Предисловие. Пункт 4 | ГОСТ 741.80 | ГОСТ 741.1—80 |

(ИУС № 7 2004 г.)

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ**Методы определения кобальта в кобальте**

Nickel. Cobalt.

Methods for determination of cobalt in cobalt

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 кобальта в кобальте по ГОСТ 123.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 123—98 Кобальт. Технические условия
- ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. 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 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
- ГОСТ 5841—74 Гидразин сернокислый
- ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
- ГОСТ 8776—99 Кобальт. Методы химико-атомно-эмиссионного спектрального анализа
- ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 13047.1—2002 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
- ГОСТ 13047.5—2002 Никель. Кобальт. Методы определения никеля в кобальте
- 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
- 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 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 кобальта, никеля, меди и цинка, выделяемой электролизом на платиновом катоде из аммиачной среды, и определении остаточной массы кобальта в растворе после электролиза спектрофотометрическим или атомно-абсорбционным методом. Массовые доли никеля, меди и цинка определяют по ГОСТ 13047.5, ГОСТ 13047.10, ГОСТ 13047.11 или по ГОСТ 8776 и учитывают при обработке результатов.

Спектрофотометрический метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 500 нм комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью.

Атомно-абсорбционный метод основан на измерении поглощения при длине волны 240,7 нм резонансного излучения атомами кобальта, 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 полным катодом для возбуждения спектральной линии кобальта.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн 490—540 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.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:9.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или по ГОСТ 24147, разбавленный 1:9.

Аммоний серноокислый по ГОСТ 3769.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 0,5 г/см³.

Нитрозо-Р-соль по [1], раствор массовой концентрации 0,001 г/см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Универсальная индикаторная бумага по [2].

Фильтры обеззоленные по [3] или другие средней плотности.

Кобальт по ГОСТ 123.

Растворы кобальта известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации кобальта 0,001 г/см³: в стакан или колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску кобальта массой 1,0000 г, приливают 25—30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят раствор 3—5 мин, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, к остатку приливают 80—100 см³ воды, растворяют соли при нагревании, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации кобальта 0,0001 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора А, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой.

Раствор В массовой концентрации кобальта 0,00001 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора Б, приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, доливают до метки водой.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для построения градуировочного графика при определении массы кобальта спектрофотометрическим методом в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают 1, 2, 4, 6, 8, 10 см³ раствора В, доливают водой до 15 см³, прибавляют 1—2 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 5 см³ уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в 4.4.4.

Масса кобальта 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 кобальта строят градуировочный график с учетом значения светопоглощения раствора, подготовленного без введения раствора кобальта.

4.3.2 Для градуировочного графика при определении массы кобальта атомно-абсорбционным

методом в мерные колбы вместимостью 250 см³ отбирают 1, 2, 4, 6, 8, 10 см³ раствора Б, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.5.

Масса кобальта 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 см³ помещают навеску пробы массой 1,000 г, приливают 15—20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят раствор 2—3 мин, охлаждают, приливают 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают раствор до паров серной кислоты, охлаждают.

К остатку приливают 50—60 см³ воды, добавляют 3—4 г сернокислого аммония и растворяют соли при нагревании. К раствору приливают при перемешивании аммиак до появления его запаха и дают 80 см³ избыток.

Раствор с осадком выдерживают в теплом месте 25—30 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр (красная или белая лента), собирая фильтрат в стакан вместимостью 250 см³, фильтр промывают 2—3 раза аммиаком, разбавленным 1:9, фильтрат используют, как указано в 4.4.2.

Осадок на фильтре растворяют в 10—15 см³ 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 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают, приливают 20—30 см³ воды и растворяют соли при нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и используют, как указано в 4.4.3.

4.4.2 К фильтрату прибавляют 2,0 г гидразина, доливают водой до объема 200 см³ 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 см³ 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 см³ и приливают серную кислоту, разбавленную 1:1, до рН 1—2 по универсальной индикаторной бумаге. Присоединяют раствор к раствору в мерной колбе вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и определяют в растворе массу кобальта 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 в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора, подготовленного по 4.4.3, добавляют аммиак до появления осадка гидроксида железа и растворяют его в 2—3 каплях серной кислоты, разбавленной 1:1.

К раствору приливают 5 см³ уксуснокислого натрия, кипятят 2—3 мин, приливают 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли, кипятят 2—3 мин, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 1 мин. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой.

Через 5—7 мин измеряют светопоглощение раствора на спектрофотометре при длине волны 500 нм или на фотоэлектроколориметре в области длин волн 490—540 нм. В качестве раствора сравнения используют раствор градуировочного графика, подготовленный без введения раствора кобальта.

Массу кобальта 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 градуировочного графика по 4.3.2 при длине волны 240,7 нм, ширине щели не более 1,0 нм не менее двух раз, последовательно вводя их в пламя, промывают систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика.

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

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

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю кобальта X , %, вычисляют по формуле

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

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 кобальта в растворе пробы, г;
 M — масса навески пробы, г;
 X_1 — массовая доля никеля 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 кобальта свыше 98,8 % массовую долю кобальта определяют расчетным методом. Для этого находят сумму массовых долей примесей, нормируемых в ГОСТ 123, а также кремния и алюминия, определенных по ГОСТ 13047.5 — ГОСТ 13047.21 или по ГОСТ 8776, взятых без округления, и вычитают ее из 100 %.

Округление разности проводят до числа значащих цифр, указанных в таблицах химического состава в ГОСТ 123.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

Библиография

- [1] ТУ 6-09-5320—86 Нитрозо-Р-соль
[2] ТУ 6-09-1181—89 Бумага индикаторная универсальная для определения рН 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: кобальт, химический анализ, массовая доля, средства измерений, раствор, реактив, проба, градуировочный график, результат анализа, погрешность, нормативы контроля

Редактор *Л.В. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 01.11.2002. Подписано в печать 18.11.2002. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 000 экз. С 8501. Зак. 1007.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<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