
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
13047.10—
2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения меди

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН межгосударственными техническими комитетами по стандартизации МТК 501 «Никель» и МТК 502 «Кобальт»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июня 2015 г. № 816-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13047.10—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.10—2002

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования и требования безопасности	1
4 Спектрофотометрический метод	2
5 Атомно-абсорбционный метод	4
6 Библиография	7

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ**Методы определения меди**

Nickel. Cobalt. Methods for determination of copper

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди (при массовой доле меди от 0,0002 % до 2,0 %) в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722, кобальте по ГОСТ 123 и кобальтовом порошке по ГОСТ 9721. В качестве арбитражного метода используется атомно-абсорбционный метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия
- ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия
- ГОСТ 859—2001 Медь. Марки
- ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
- ГОСТ 5845—79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
- ГОСТ 9721—79 Порошок кобальтовый. Технические условия
- ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия
- ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 13047.1—2014 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа
- ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
- ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методам анализа, качеству используемой дистиллированной воды и лабораторной посуды и требования безопасности при проведении работ — по ГОСТ 13047.1.

4 Спектрофотометрический метод

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения при длине волны 435 нм раствора комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом, экстрагируемого хлороформом при pH 3—4.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 420 до 450 нм.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, при необходимости очищенный, или по ГОСТ 24147, разбавленный 1:1 и 1:9.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 0,1 г/см³.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, раствор массовой концентрации 0,1 г/см³.

Свинца диэтилдитиокарбамат по [1], раствор массовой концентрации 0,0001 г/см³ в хлороформе.

Бумага индикаторная универсальная по [2].

Хлороформ по ГОСТ 20015 или фармакопейный по [3].

Медь по ГОСТ 859.

Растворы меди известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации меди 0,001 г/см³ готовят следующим образом: навеску меди массой 1,0000 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³, приливают от 15 до 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации меди 0,0001 г/см³ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят 10 см³ раствора А и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор В массовой концентрации меди 0,00001 г/см³ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят 10 см³ раствора Б и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Г массовой концентрации меди 0,000005 г/см³ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 200 см³ переносят 10 см³ раствора Б и доводят до метки дистиллированной водой.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли меди не более 0,03 % в делительные воронки вместимостью 100 см³ переносят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ раствора Г, приливают от 50 до 60 см³ дистиллированной воды и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.2.

Масса меди в градуировочных растворах составляет 0,0000025; 0,0000050; 0,0000100; 0,0000200; 0,0000300 и 0,0000400 г.

По значениям светопоглощения градуировочных растворов и соответствующим им массам меди строят градуировочный график 1 с учетом значения светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора, содержащего медь.

4.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли меди свыше 0,03 % в делительные воронки вместимостью 100 см³ переносят 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см³ раствора В, приливают от 50 до 60 см³ дистиллированной воды, добавляют по каплям азотную кислоту, разбавленную 1:9, или аммиак, разбавленный 1:1, до получения pH раствора 3—4 по универсальной индикаторной бумаге и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.2.

Масса меди в градуировочных растворах составляет 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00005; 0,00007 и 0,00010 г.

По значениям светопоглощения градуировочных растворов и соответствующим им массам меди строят градуировочный график 2 с учетом значения светопоглощения градуировочного раствора, подготовленного без введения раствора, содержащего медь.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³.

Т а б л и ц а 1 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей меди, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см ³	Номер градуировочного графика
От 0,0002 до 0,0020 включ.	2,000	Весь раствор	1
Св. 0,002 » 0,008 »	0,500	То же	1
» 0,008 » 0,030 »	0,500	25	1
» 0,03 » 0,10 »	0,500	10	2
» 0,1 » 0,3 »	0,500	5	2
» 0,3 » 0,8 »	0,500	10/100/10	2
» 0,8 » 2,0 »	0,500	10/100/5	2

К навеске пробы приливают от 20 до 40 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, упаривают до объема от 5 до 10 см³, приливают 20 см³ дистиллированной воды.

При массовой доле меди не более 0,008 % раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³.

При массовой доле меди от 0,008 % до 0,300 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и отбирают аликвотную часть объемом в соответствии с таблицей 1 в делительную воронку вместимостью 100 см³.

Допускаются другие разбавления растворов при условии, что масса меди в растворе, помещенном в делительную воронку, находится в пределах масс меди градуировочных графиков, построенных в соответствии с 4.3.

4.4.2 Раствор в делительной воронке доливают дистиллированной водой до 50 см³, добавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1, или азотную кислоту, разбавленную 1:9, до получения pH раствора в пределах от 3—4 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают воронку 2 мин.

Органическую фазу сливают через воронку с ватным тампоном, промытым хлороформом, в мерную колбу вместимостью 25 м³. К водной фазе приливают 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата свинца и встряхивают воронку 1 мин.

Органическую фазу присоединяют к раствору в мерной колбе, из водной фазы повторяют экстракцию 5 см³ диэтилдитиокарбамата свинца в течение 30 с. Экстракцию повторяют до получения бесцветной органической фазы, сливая органические фазы в ту же мерную колбу, и измеряют светопоглощение раствора в соответствии с 4.4.4.

4.4.3 При анализе кобальта с массовой долей меди не более 0,001 % органическую фазу после экстракции меди диэтилдитиокарбаматом свинца собирают в фарфоровую чашку или стакан вместимостью 100 см³ и выпаривают досуха на водяной бане.

Сухой остаток обрабатывают 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Соли растворяют в объеме от 3 до 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:9, раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, доливают дистиллированной водой до 50 см³ и далее проводят повторную экстракцию в соответствии с 4.4.2.

4.4.4 Раствор в мерной колбе доводят до метки хлороформом. Через 10 мин измеряют светопоглощение раствора на спектрофотометре при длине волны 435 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 420 до 450 нм, используя в качестве раствора сравнения хлороформ.

По значению светопоглощения раствора пробы находят массу меди по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю меди в пробе X , %, вычисляют по формуле:

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

где M_x — масса меди в растворе пробы, г;

M_k — масса меди в растворе контрольного опыта, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

4.6 Контроль точности анализа

Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля прецизионности (пределы повторяемости и воспроизводимости) и показатель контроля точности (расширенная неопределенность) результатов анализа приведены в таблице 2.

ГОСТ 13047.10—2014

Т а б л и ц а 2 — Нормативы контроля прецизионности (пределы повторяемости и воспроизводимости) и показатель контроля точности (расширенная неопределенность) результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Массовая доля меди	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа) R	Расширенная неопределенность U ($k = 2$)
0,00020	0,00004	0,00005	0,00008	0,00006
0,00050	0,00007	0,00009	0,00014	0,00010
0,00100	0,00015	0,00020	0,00030	0,00020
0,0030	0,0004	0,0005	0,0008	0,0006
0,0050	0,0006	0,0007	0,0011	0,0008
0,0100	0,0012	0,0015	0,0020	0,0015
0,030	0,003	0,004	0,006	0,004
0,050	0,005	0,006	0,010	0,007
0,100	0,007	0,008	0,014	0,010
0,300	0,015	0,020	0,030	0,020
0,50	0,02	0,03	0,04	0,03
1,00	0,05	0,06	0,08	0,06
2,00	0,07	0,08	0,14	0,10

5 Атомно-абсорбционный метод

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 324,7 нм резонансного излучения атомами меди, образующимися в результате пламенной атомизации при распылении раствора пробы в пламени ацетилен—воздух.

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

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

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии меди.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [4] или другие фильтры средней плотности.

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

Порошок никелевый по ГОСТ 9722 или стандартный образец состава никеля, например [5] с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей меди не более 0,0002 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей меди не более 0,0002 %.

Медь по ГОСТ 859.

Растворы меди известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации меди 0,001 г/см³ по 4.2.

Раствор Б массовой концентрации меди 0,0001 г/см³ по 4.2.

Раствор В массовой концентрации меди 0,00001 г/см³ по 4.2.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли меди не более 0,0020 % навески никелевого порошка или кобальта либо стандартных образцов состава никеля или кобальта массой 5,000 г помещают в стаканы или колбы вместимостью 250 см³. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески никелевого порошка или кобальта либо стандартных образцов состава никеля или кобальта растворяют при нагревании в объеме от 50 до 60 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через фильтр (красная или белая лента), предварительно промытый два-три раза азотной кислотой, разбавленной 1:9. Фильтр промывают два-три раза дистиллированной водой. Растворы упаривают до объема от 15 до 20 см³, приливают от 50 до 60 см³ дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают, переносят в мерные

колбы вместимостью 100 см³, приливают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора В. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий медь, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса меди в градуировочных растворах составляет 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,00010 г.

5.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли меди от 0,002 % до 0,010 % навески никелевого порошка или кобальта либо стандартных образцов состава никеля или кобальта массой 3,000 г помещают в стаканы или колбы вместимостью 250 см³. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески никелевого порошка или кобальта либо стандартных образцов состава никеля или кобальта растворяют в соответствии с 5.3.1, переносят растворы в мерные колбы вместимостью 100 см³ и приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий медь, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса меди в градуировочных растворах составляет 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040 и 0,00050 г.

5.3.3 Для построения градуировочного графика 3 при определении массовой доли меди от 0,01 % до 0,05 % навески никелевого порошка или кобальта либо стандартных образцов состава никеля или кобальта массой 1,000 г помещают в стаканы или колбы вместимостью 250 см³. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески никелевого порошка или кобальта либо стандартных образцов состава никеля или кобальта растворяют в объеме от 15 до 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, в соответствии с 5.3.1, переносят растворы в мерные колбы вместимостью 100 см³ и приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий медь, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса меди в градуировочных растворах указана в 5.3.2.

5.3.4 Для построения градуировочного графика 4 при определении массовой доли меди от 0,05 % до 0,50 % в мерные колбы вместимостью 100 см³ переносят по 10 см³ раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 5.3.3, и приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий медь, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса меди в градуировочных растворах указана в 5.3.2.

5.3.5 Для построения градуировочного графика 5 при определении массовой доли меди свыше 0,50 % в мерные колбы вместимостью 100 см³ переносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий медь, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса меди в градуировочных растворах указана в 5.3.2.

5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 3 помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³.

Т а б л и ц а 3 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей меди, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см ³	Номер градуировочного графика
От 0,0002 до 0,002 включ.	5,000	Весь раствор	1
Св. 0,0020 » 0,010 »	3,000	То же	2
» 0,010 » 0,05 »	1,000	»	3
» 0,05 » 0,50 »	1,000	10	4
» 0,50 » 2,00 »	1,000	10/100/20	5

Навеску пробы массой 3,000 или 5,000 г растворяют при нагревании в объеме от 50 до 60 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, навеску массой 1,000 г растворяют при нагревании в объеме от 15 до 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от 15 до 20 см³ или от 5 до 7 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

ГОСТ 13047.10—2014

При массовой доле меди свыше 0,050 % в мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят аликвотную часть раствора пробы объемом в соответствии с таблицей 3 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 324,7 нм и ширине щели не более 0,4 нм измеряют не менее двух раз, последовательно распыляя их в пламени ацетилен—воздух, промывают распылительную систему дистиллированной водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют раствор соответствующего контрольного опыта, подготовленный в соответствии с 5.3.

По значениям абсорбции градуировочных растворов и соответствующим им массам меди строят градуировочный график.

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

5.5 Обработка результатов анализа

Массовую долю меди в пробе X , %, вычисляют по формуле:

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

где M_x — масса меди в растворе пробы, г;

K — коэффициент разбавления раствора пробы;

M — масса навески пробы, г.

5.6 Контроль точности анализа

Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля прецизионности (пределы повторяемости и воспроизводимости) и показатель контроля точности (расширенная неопределенность) результатов анализа приведены в таблице 2.

Библиография

- [1] ТУ 6-09-3901—75 Свинца (II) диэтилдитиокарбамат
- [2] ТУ 6-09-1181—89 Бумага индикаторная универсальная для определения рН 1—10 и 7—14
- [3] ГФ X, статья 160 Хлороформ фармакопейный
- [4] ТУ 6-09-1678—95* Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
- [5] МСО 1348—2007 СО состава оксида никеля (комплект ОКН)

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354

МКС 77.120.40

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

Редактор *Г.В. Зотова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.09.2015. Подписано в печать 08.10.2015. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 34 экз. Зак. 3242.