

---

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

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
13047.5—  
2014

---

## НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

### Методы определения никеля в кобальте

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2015

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной 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 13047.5—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.5—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 . . . . .	2
4 Спектрофотометрический метод . . . . .	2
5 Атомно-абсорбционный метод . . . . .	4
Библиография . . . . .	7

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

Nickel. Cobalt. Methods for determination of nickel in cobalt

Дата введения — 2016—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения никеля (при массовой доле никеля от 0,0010 % до 0,60 %) в 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 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия
- ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. 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 5828—77 Реактивы. Диметилглиоксим. 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 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 13047.1—2014 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 Реактивы. Аммоний надсернистый. Технические условия
- ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия
- ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

**Примечание** — 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 стан-

дарт 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 440 нм раствора комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом после предварительной экстракции его хлороформом.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 420 до 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 очищенная перегонкой, или по ГОСТ 14261, разбавленная 1:24.

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

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммоний надсерникоксильный по ГОСТ 20478, раствор массовой концентрации 0,03 г/см<sup>3</sup>.

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

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор массовой концентрации 0,05 г/см<sup>3</sup>.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, раствор массовой концентрации 0,2 г/см<sup>3</sup>.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор массовой концентрации 0,01 г/см<sup>3</sup> в этиловом спирте и раствор массовой концентрации 0,01 г/см<sup>3</sup> в растворе гидроокиси натрия массовой концентрации 0,04 г/см<sup>3</sup>.

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 фильтры 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<sup>3</sup> готовят следующим образом: навеску первичного никеля или никелевого порошка массой 0,5000 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают от 15 до 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через предварительно промытый два-три раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтр (красная или белая лента). Фильтр промывают два-три раза горячей дистиллированной водой. К раствору приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Приливают от 60 до 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, растворяют соли при нагревании и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации никеля 0,00005 г/см<sup>3</sup> готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят 10 см<sup>3</sup> раствора А, приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор В массовой концентрации никеля 0,00001 г/см<sup>3</sup> готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят 20 см<sup>3</sup> раствора Б и доводят до метки дистиллированной водой.

### 4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> раствора В, приливают дистиллированной воды до объема 25—30 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора надсернического аммония, 10 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима в гидроокиси натрия, доводят до метки дистиллированной водой и проводят измерения светопоглощения раствора в соответствии с 4.4.6.

Масса никеля в градуировочных растворах составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000040; 0,000060; 0,000080 и 0,000100 г.

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

### 4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой 0,500 г помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают от 15 до 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, упаривают раствор до объема от 5 до 6 см<sup>3</sup>.

4.4.2 При массовой доле никеля не более 0,020 % к раствору по 4.4.1 приливают от 100 до 120 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия, от 5 до 6 г хлористого аммония, 20 см<sup>3</sup> аммиака, 4 см<sup>3</sup> пероксида водорода и кипятят 8—10 мин. Раствор охлаждают, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до pH 8—9 по универсальной индикаторной бумаге и переносят в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Приливают дистиллированной воды до объема 200 см<sup>3</sup>, 120 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима в этиловом спирте, 20 см<sup>3</sup> хлороформа, экстрагируют 1 мин и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.5.

4.4.3 При массовой доле никеля от 0,02 % до 0,20 % к раствору по 4.4.1 приливают от 60 до 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой. Аликвотную часть раствора объемом 25 см<sup>3</sup> переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают дистиллированной воды до объема от 70 до 80 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия, от 2 до 3 г хлористого аммония, 15 см<sup>3</sup> раствора аммиака, 2 см<sup>3</sup> пероксида водорода и кипятят 8—10 мин. Раствор охлаждают, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, до pH 8—9 по универсальной индикаторной бумаге и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Приливают 50 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима в этиловом спирте, 20 см<sup>3</sup> хлороформа, экстрагируют 1 мин и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.5.

4.4.4 При массовой доле никеля свыше 0,20 % к раствору по 4.4.1 приливают от 60 до 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой. Аликвотную часть раствора объемом 5 см<sup>3</sup> переносят в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают дистиллированной воды до объема 20 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия, нейтрализуют аммиаком до pH 8—9 по универсальной индикаторной бумаге, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима в этиловом спирте, 20 см<sup>3</sup> хлороформа и экстрагируют 1 мин.

4.4.5 Нижний органический слой сливают в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, к водной фазе приливают 20 см<sup>3</sup> хлороформа и повторяют экстракцию. Органическую фазу сливают в ту же делительную воронку, а водную фазу отбрасывают.

Органическую фазу промывают до обесцвечивания раствора, приливая 15, 10 и 5 см<sup>3</sup> аммиака, разбавленного 1:19, и встряхивая делительную воронку 10—15 раз.

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

К водной фазе приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют в два-три приема по каплям 0,5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты для разрушения остатков органических соединений, после чего вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. К охлажденному остатку приливают от 10 до 15 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагревают до растворения солей, вновь охлаждают.

4.4.6 Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора надсернического аммония, 10 см<sup>3</sup> раствора диметилглиоксима в растворе гидроокиси натрия, доводят до метки дистиллированной водой.

Через 5—7 мин измеряют светопоглощение раствора на спектрофотометре при длине волны 440 нм или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 420 до 460 нм. В качестве раствора

сравнения используют раствор, подготовленный в соответствии с 4.3 без введения раствора, содержащего никель.

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

#### 4.5 Обработка результатов анализа

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

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

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

$M_k$  — масса никеля 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 1.

Т а б л и ц а 1 — 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 никеля	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), г	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений), г	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), R	Расширенная неопределенность $U$ ( $k = 2$ )
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 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 никеля.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [3] или другие фильтры 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, например, [4] с предварительно установленной (аттестованной) 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  $0,001 \text{ г/см}^3$  готовят следующим образом: навеску первичного никеля или никелевого порошка массой  $1,0000 \text{ г}$  помещают в стакан или колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , приливают  $20\text{—}25 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 3—5 мин. При использовании никелевого порошка раствор фильтруют через предварительно промытый два-три раза азотной кислотой, разбавленной 1:9, фильтр (красная или белая лента). Фильтр промывают два-три раза горячей дистиллированной водой. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , приливают  $50 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации никеля  $0,0001 \text{ г/см}^3$  готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  переносят  $10 \text{ см}^3$  раствора А, приливают  $10 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доводят до метки дистиллированной водой.

### 5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли никеля не более  $0,010 \%$  навески кобальта или стандартного образца состава кобальта массой  $5,000 \text{ г}$  помещают в стаканы или колбы вместимостью  $250 \text{ см}^3$ . Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески кобальта или стандартного образца состава кобальта растворяют при нагревании в объеме от  $50$  до  $60 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема  $15\text{—}20 \text{ см}^3$ , приливают от  $50$  до  $60 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , переносят в них  $0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0$  и  $5,0 \text{ см}^3$  раствора Б. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий никель, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса никеля в градуировочных растворах составляет  $0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040$  и  $0,00050 \text{ г}$ .

5.3.2 Для построения градуировочного графика 2 при определении массовой доли никеля от  $0,010$  до  $0,050 \%$  навески кобальта или стандартного образца состава кобальта массой  $1,000 \text{ г}$  помещают в стаканы или колбы вместимостью  $250 \text{ см}^3$ . Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навески кобальта или стандартного образца состава кобальта растворяют при нагревании в объеме от  $15$  до  $20 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от  $5$  до  $7 \text{ см}^3$ , приливают от  $50$  до  $60 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , переносят в них  $0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0$  и  $5,0 \text{ см}^3$  раствора Б. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий никель, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса никеля в градуировочных растворах указана в 5.3.1.

5.3.3 Для построения градуировочного графика 3 при определении массовой доли никеля свыше  $0,050 \%$  в мерные колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$  переносят по  $10 \text{ см}^3$  раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 5.3.2, и приливают  $0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0$  и  $6,0 \text{ см}^3$  раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий никель, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса никеля в градуировочных растворах составляет  $0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040$  и  $0,00060 \text{ г}$ .

### 5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 2 помещают в стакан или колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ .

Т а б л и ц а 2 — Условия подготовки раствора пробы

Диапазон массовых долей никеля, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора пробы, $\text{см}^3$	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 объеме от 50 до 60 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, а массой 1,000 г — в объеме от 15 до 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, упаривают до объема от 15 до 20 см<sup>3</sup> или от 5 до 7 см<sup>3</sup>, приливают от 40 до 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагревают до кипения и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

При массовой доле никеля свыше 0,050 % в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят аликвотную часть раствора объемом в соответствии с таблицей 2 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Абсорбцию раствора пробы и градуировочных растворов при длине волны 232,0 нм и ширине щели не более 0,2 мм 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, подготовленного в соответствии с 5.3.

По полученным значениям абсорбции градуировочных растворов и соответствующим им массам никеля строят градуировочные графики.

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

### 5.5 Обработка результатов анализа

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

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

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 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 1.

**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 обеззолненные (белая, красная, синяя ленты)              |
| [4] МСО 1664—2010    | СО состава оксида кобальта (комплект ОК)                         |

---

\* Действует на территории Российской Федерации.

Ключевые слова: никель, кобальт, 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 *И.А. Королева*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 16.09.2015. Подписано в печать 08.10.2015. Формат 60×84  $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 37 экз. Зак. 3247.