

---

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

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
13047.21—  
2014

---

## НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

### Методы определения марганца

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 13047.21—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.21—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*

© Стандартинформ, 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 марганца

Nickel. Cobalt. Methods for determination of manganese

Дата введения — 2016—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и атомно-абсорбционный методы определения марганца (при массовой доле марганца от 0,0003 % до 0,30 %) в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722 и кобальте по ГОСТ 123. 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 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4109—79 Реактивы. Бром. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
- ГОСТ 6008—90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия
- ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. 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 ректифицированный технический. Технические условия
- ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. 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 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 530 нм раствора марганца (VII) после предварительного выделения марганца на гидроксиде железа из аммиачной среды. Для окисления марганца (II) до марганца (VII) применяют йоднокислый калий.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий проведение измерений в диапазоне длин волн от 500 до 540 нм.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, при необходимости очищенная перегонкой, или по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, при необходимости по ГОСТ 24147, разбавленный 1:19.

Бром по ГОСТ 4109, разбавленный 1:19 (бромная вода).

Калий йоднокислый мета (периодат) по [1].

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 или стандарт-титр по [2].

Железо карбонильное по [3] или другое железо, содержащее не менее 99,9 % основного вещества.

Раствор железа массовой концентрации 0,01 г/см<sup>3</sup> готовят следующим образом: навеску железа массой 10,000 г помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, приливают по 20—25 см<sup>3</sup> от 150 до 200 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, от 20 до 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, растворяют при нагревании, упаривают до объема от 20 до 30 см<sup>3</sup>, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

Для приготовления раствора железа допускается использовать другие вещества, обеспечивающие установленное значение контрольного опыта.

Раствор для разбавления готовят следующим образом: в колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup> помещают 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 0,40 г йоднокислого калия, нагревают, кипятят в течение 10—15 мин и охлаждают.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

Марганец по ГОСТ 6008, электролитический, очищенный от оксидов поверхностью готовят следующим образом: 2—3 г марганца помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, перемешивают 3—5 мин до получения блестящей поверхности металла, раствор сливают, промывают металл декантацией дистиллированной водой пять-шесть раз, 10 см<sup>3</sup> этилового спирта и сушат при температуре от 95 °С до 105 °С 5—10 мин.

Растворы марганца известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации марганца 0,001 г/см<sup>3</sup> из марганца готовят следующим образом: навеску марганца массой 1,0000 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают от 20 до 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 5—10 мин, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор А массовой концентрации марганца 0,001 г/см<sup>3</sup> из марганцовокислого калия готовят следующим образом: навеску марганцовокислого калия массой 2,2765 г помещают в стакан вместимостью 400 или 600 см<sup>3</sup>, растворяют в объеме от 250 до 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, приливают соляную кислоту, разбавленную 1:1, до обесцвечивания раствора и еще 20 см<sup>3</sup>, упаривают до объема от 10 до 15 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор Б массовой концентрации марганца 0,0001 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 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор В массовой концентрации марганца  $0,00001 \text{ г/см}^3$  готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  переносят  $10 \text{ см}^3$  раствора Б и доводят до метки дистиллированной водой.

#### 4.3 Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью  $100 \text{ см}^3$  переносят  $0,5$ ;  $1,0$ ;  $2,0$ ;  $4,0$ ;  $6,0$  и  $8,0 \text{ см}^3$  раствора В, приливают  $5,0 \text{ см}^3$  раствора железа,  $10 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной  $1:1$ , и далее проводят анализ в соответствии с 4.4.2.

Масса марганца в градуировочных растворах составляет  $0,000005$ ;  $0,000010$ ;  $0,000020$ ;  $0,000040$ ;  $0,000060$  и  $0,000080 \text{ г}$ .

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

#### 4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в стакан вместимостью  $250$  или  $400 \text{ см}^3$ .

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

Диапазон массовых долей марганца, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора пробы, $\text{см}^3$
От $0,0003$ до $0,0020$ включ.	$3,000$	Весь раствор
Св. $0,002$ » $0,010$ »	$3,000$	$20$
» $0,01$ » $0,04$ »	$3,000$	$5$
» $0,04$ » $0,15$ »	$1,000$	$5$
» $0,15$ » $0,30$ »	$0,500$	$5$

Навеску пробы растворяют при нагревании в объеме от  $20$  до  $40 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной  $1:1$ , кипятят  $2—3$  мин, охлаждают, доливают дистиллированной воды до объема от  $100$  до  $150 \text{ см}^3$  и приливают  $5,0 \text{ см}^3$  раствора, содержащего железо.

Далее приливают: при анализе никеля  $5 \text{ см}^3$  пероксида водорода, при анализе кобальта  $10 \text{ см}^3$  бромной воды.

Раствор нагревают до температуры от  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $70 \text{ }^\circ\text{C}$ , приливают от  $5$  до  $10 \text{ см}^3$  аммиака и вливают раствор при перемешивании в стакан вместимостью  $400$  или  $600 \text{ см}^3$ , в который предварительно помещают  $100 \text{ см}^3$  аммиака. Стакан, в котором проводилось разложение, обмывают три-четыре раза горячим аммиаком, разбавленным  $1:19$ . Раствор с осадком выдерживают в теплом месте  $20—30$  мин, фильтруют через фильтр (красная или белая лента), промывают пять-шесть раз горячим аммиаком, разбавленным  $1:19$ .

Осадок на фильтре растворяют в стакане, в котором проводилось осаждение, приливая  $20 \text{ см}^3$  нагретой до кипения азотной кислоты, разбавленной  $1:1$ , с добавлением  $2 \text{ см}^3$  пероксида водорода. Фильтр промывают горячей азотной кислотой, разбавленной  $1:9$ .

При анализе кобальта с использованием навески массой  $3,000 \text{ г}$  проводят повторное осаждение. Объем фильтрата доливают дистиллированной водой до объема  $100—150 \text{ см}^3$ , приливают  $10 \text{ см}^3$  бромной воды и далее поступают, как указано выше.

При определении массовой доли марганца не более  $0,0020 \%$  раствор переносят в стакан вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . При определении массовой доли марганца свыше  $0,0020 \%$  раствор переносят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят до метки дистиллированной водой и переносят в стакан вместимостью  $100 \text{ см}^3$  аликвотную часть объемом в соответствии с таблицей 1.

4.4.2 Раствор упаривают до объема от  $5$  до  $10 \text{ см}^3$ , приливают  $10 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной  $1:1$ ,  $5 \text{ см}^3$  ортофосфорной кислоты, разбавленной  $1:1$ , нагревают до кипения, добавляют  $0,40 \text{ г}$  йоднокислого калия и кипятят  $2—3$  мин.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , приливают от  $35$  до  $40 \text{ см}^3$  раствора для разбавления, выдерживают на кипящей водяной бане от  $15$  до  $20$  мин, охлаждают и доводят до метки раствором для разбавления.

Светопоглощение раствора пробы измеряют на спектрофотометре при длине волны  $530 \text{ нм}$  или на фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от  $500$  до  $540 \text{ нм}$ , используя дистиллированную воду в качестве раствора сравнения.

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

**4.5 Обработка результатов анализа**

Массовую долю марганца в пробе, %, вычисляют по формуле:

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

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

$M_k$  — масса марганца 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.

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 марганца	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), г	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений), г	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), Р	Расширенная неопределенность, U (k = 2)
0,00030	0,00005	0,00006	0,00010	0,00007
0,00050	0,00007	0,00008	0,00014	0,00010
0,00100	0,00015	0,00018	0,00030	0,00021
0,0030	0,0004	0,0005	0,0008	0,0006
0,0050	0,0007	0,0008	0,0014	0,0010
0,0100	0,0010	0,0012	0,0020	0,0014
0,030	0,003	0,004	0,006	0,004
0,050	0,004	0,005	0,008	0,006
0,100	0,007	0,008	0,014	0,010
0,300	0,015	0,018	0,030	0,021

**5 Атомно-абсорбционный метод****5.1 Метод анализа**

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 279,5 нм резонансного излучения атомами марганца, 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 марганца.

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 марганца не более 0,0003 %.

Кобальт по ГОСТ 123 или стандартный образец состава кобальта, например [6], с предварительно установленной (аттестованной) массовой долей марганца не более 0,0003 %.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 или стандарт-титр по [2].

Марганец металлический по ГОСТ 6008, электролитический, с очищенной от оксидов поверхностью по 4.2.

Растворы марганца известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации марганца 0,001 г/см<sup>3</sup> по 4.2.

Раствор Б массовой концентрации марганца 0,0001 г/см<sup>3</sup> по 4.2.

Раствор В массовой концентрации марганца 0,00002 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 азотной кислотой, разбавленной 1:19.

### 5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Для построения градуировочного графика 1 при определении массовой доли марганца не более 0,0020 % навеску никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта массой 5,000 г помещают в стаканы вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Навеску никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта растворяют при нагревании в объеме от 50 до 60 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят 2—3 мин. При использовании никелевого порошка растворы фильтруют через фильтры (красная или белая лента), предварительно промытые два-три раза азотной кислотой, разбавленной 1:9. Фильтры промывают два-три раза горячей дистиллированной водой. Растворы упаривают до объема от 30 до 40 см<sup>3</sup>, приливают от 50 до 60 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагревают до кипения, охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

В колбы переносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> раствора В. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий марганец, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса марганца 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 марганца свыше 0,0020 % навеску никелевого порошка или кобальта либо стандартного образца состава никеля или кобальта массой 1,000 г помещают в стаканы или колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт. Навески растворяют в объеме от 15 до 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, в соответствии с 5.3.1, упаривают до объема от 5 до 7 см<sup>3</sup>, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В колбы приливают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> раствора В. В колбу с раствором контрольного опыта раствор, содержащий марганец, не приливают, доводят до метки дистиллированной водой и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса марганца в градуировочных растворах составляет 0,00002; 0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00016 и 0,00020 г.

5.3.3 Для построения градуировочного графика 3 при определении массовой доли марганца от 0,02 % до 0,10 % в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят по 25 см<sup>3</sup> раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 5.3.2, приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 см<sup>3</sup> раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий марганец, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса марганца в градуировочных растворах составляет 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020 и 0,00030 г.

5.3.4 Для построения градуировочного графика 4 при определении массовой доли марганца свыше 0,10 % в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят по 10 см<sup>3</sup> раствора контрольного опыта, подготовленного в соответствии с 5.3.2, приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 см<sup>3</sup> раствора Б. В одну из колб с раствором контрольного опыта раствор, содержащий марганец, не приливают, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и измеряют абсорбцию в соответствии с 5.4.

Масса марганца в градуировочных растворах указана в 5.3.3.

### 5.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 3 помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

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

Диапазон массовых долей марганца, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора пробы, см <sup>3</sup>	Номер градуировочного графика
От 0,0003 до 0,0020 включ.	5,000	Весь раствор	1
Св. 0,002 * 0,020 *	1,000	То же	2
* 0,02 * 0,10 *	1,000	25	3
* 0,10 * 0,30 *	1,000	10	4



Навеску пробы массой 5,000 г растворяют при нагревании в объеме от 50 до 60 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, навеску пробы массой 1,000 г — 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>, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.

При массовой доле марганца свыше 0,020 % в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> переносят аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 3 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для построения градуировочного графика при длине волны 279,5 нм, ширине щели не более 1,0 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 марганца строят градуировочный график.

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

### 5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где  $M_x$  — масса марганца 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 6-09-02-364—99        | Калий йоднокислый мета (периодат калия)             |
| [2] ТУ 6-09-2540—87          | Калий марганцовокислый. Стандарт-титр               |
| [3] ТУ 6-09-05808009-262—92* | Железо карбонильное ос. ч. 13-2, ос. ч. 6-2         |
| [4] ТУ 6-09-1678—95*         | Фильтры обеззоленные (красная, белая и синяя ленты) |
| [5] МСО 1348—2007            | СО состава оксида никеля (комплект ОКН)             |
| [6] МСО 1664—2010            | СО состава оксида кобальта (комплект ОК)            |

---

\* Действует на территории Российской Федерации.

Ключевые слова: никель, кобальт, марганец, 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 *Е.Д. Дульнева*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 23.11.2015. Подписано в печать 08.12.2015. Формат 60,84 × 84  $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 48 экз. Зак. 4026.

---

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)