

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения серебра в никеле

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 13047.24—2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2003 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© 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 | |
| 2 | Нормативные ссылки | |
| 3 | Общие требования и требования безопасности | |
| 4 | Атомно-абсорбционный метод с электротермической атомизацией (для массовых долей серебра от 0,00001 % до 0,0010 %) | |
| 4.1 | Метод анализа | |
| 4.2 | Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы | |
| 4.3 | Подготовка к анализу | |
| 4.4 | Проведение анализа | |
| 4.5 | Обработка результатов анализа | |
| 4.6 | Контроль точности анализа | |
| 5 | Атомно-абсорбционный метод с пламенной атомизацией (для массовых долей серебра от 0,0002 % до 0,003 %) | |
| 5.1 | Метод анализа | |
| 5.2 | Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы | |
| 5.3 | Подготовка к анализу | |
| 5.4 | Проведение анализа | |
| 5.5 | Обработка результатов анализа | |
| 5.6 | Контроль точности анализа | |
| | Приложение А Библиография | |

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Методы определения серебра в никеле

Nickel. Cobalt. Methods for determination of silver in nickel

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционные методы определения серебра при массовой доле от 0,00001 % до 0,0030 % в первичном никеле по ГОСТ 849.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 6836—80 Серебро и серебряные сплавы. Марки

ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. 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 с электротермической атомизацией (для массовых долей серебра от 0,00001 % до 0,0010 %)**4.1 Метод анализа**

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 328,1 нм резонансного излучения атомами серебра, образующимися в результате электротермической атомизации раствора пробы.

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

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с электротермической атомизацией, коррекцию неселективного поглощения и автоматизированную подачу раствора в атомизатор.

Лампа с полым катодом для возбуждения спектральной линии серебра.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие 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 с установленной массовой долей серебра.

Серебро по ГОСТ 6836.

Растворы серебра известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации серебра 0,0001 г/см³: в стакан вместимостью 100 см³ помещают навеску серебра 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, приливают 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и хранят в затемненном месте.

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

Раствор В массовой концентрации серебра 0,000001 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора Б и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор Г массовой концентрации серебра 0,0000002 г/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 20 см³ раствора В 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 серебра не более 0,0001 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см³ помещают навески массой 1,000 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей серебра не более 0,00001 %. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 15—20 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 водой. Растворы выпаривают до объема 10—15 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 см³ раствора Г, в колбу с раствором контрольного опыта раствор серебра не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса серебра в растворах для градуировочного графика 1 составляет 0,0000001; 0,0000002; 0,0000004; 0,0000008; 0,0000010 г.

4.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей серебра свыше 0,0001 % до 0,0010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см³ помещают навески массой 0,500 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей серебра не более 0,0001 %. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

Пробы растворяют, как указано в 4.3.1. В мерные колбы отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор серебра не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса серебра в растворах для градуировочного графика 2 составляет 0,0000005; 0,0000010; 0,0000020; 0,0000030; 0,0000040; 0,0000050 г.

4.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску пробы массой 1,000 г при определении массовых долей серебра не более 0,0001 % или массой 0,500 г при определении массовых долей серебра свыше 0,0001 % приливают 15—20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, выпаривают до объема 5—7 см³, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и соответствующих растворов для градуировки при длине волны 328,1 нм, ширине щели не более 1,0 нм с коррекцией неселективного поглощения в токе аргона не менее двух раз, последовательно вводя их в атомизатор. В зависимости от типа спектрофотометра подбирают оптимальный объем раствора от 0,005 до 0,050 см³ или оптимальное время аэрозольного распыления от 5 до 50 с. 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.

Подбор оптимальных температурных режимов для атомизатора проводят индивидуально для применяемого спектрофотометра по растворам для градуировки.

Рекомендуемые условия работы атомизатора указаны в таблице 1.

Таблица 1 — Условия работы атомизатора

| Наименование стадии | Температура, °С | Время, с |
|---------------------|-----------------|----------|
| Сушка | 150—160 | 2—20 |
| Озоление | 400—600 | 10—20 |
| Атомизация | 1900—2300 | 4—5 |

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

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

4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса серебра в растворе пробы, г;

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 2.

Таблица 2 — Нормативы контроля и погрешность метода анализа

В процентах

| Массовая доля серебра | 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 |
|-----------------------|---|---|--|-------------------------------------|
| 0,000010 | 0,000005 | 0,000006 | 0,000010 | 0,000007 |
| 0,000030 | 0,000010 | 0,000012 | 0,000020 | 0,000014 |
| 0,00005 | 0,00002 | 0,00003 | 0,00004 | 0,00003 |
| 0,00010 | 0,00003 | 0,00004 | 0,00006 | 0,00004 |
| 0,00030 | 0,00005 | 0,00006 | 0,00010 | 0,00007 |
| 0,00050 | 0,00007 | 0,00008 | 0,00014 | 0,00010 |
| 0,00100 | 0,00012 | 0,00014 | 0,00024 | 0,00017 |
| 0,00200 | 0,00020 | 0,00024 | 0,00040 | 0,00028 |
| 0,0030 | 0,0003 | 0,0004 | 0,0006 | 0,0004 |

5 Атомно-абсорбционный метод с пламенной атомизацией (для массовых долей серебра от 0,0002 % до 0,0030 %)

5.1 Метод анализа

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 328,1 нм резонансного излучения атомами серебра, образующимися в результате атомизации при введении раствора пробы в пламя ацетилен-воздух.

5.2 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 серебра.

Ацетилен газообразный по ГОСТ 5457.

Фильтры обеззоленные по [1] или другие 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 с установленной массовой долей серебра не более 0,0002 %.

Серебро по ГОСТ 6836.

Растворы серебра известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации серебра 0,0001 г/см³ готовят, как указано в 4.2.

Раствор Б массовой концентрации серебра 0,00001 г/см³ готовят, как указано в 4.2.

5.3 Подготовка к анализу

Для градуировочного графика в стаканы или колбы вместимостью 250 см³ помещают навески массой 3,000 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей серебра. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 25—30 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 10—15 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; 6,0; 8,0; 10,0 см³ раствора Б, в колбу с раствором контрольного опыта раствор серебра не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 5.4.

Масса серебра в растворах для градуировки составляет 0,000005; 0,000010; 0,000020; 0,000040; 0,000060; 0,000080; 0,000100 г.

5.4 Проведение анализа

В стакан или колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску пробы массой 3,000 г, приливают 25—30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, выпаривают до объема 15—20 см³, приливают воду до 50—60 см³, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 328,1 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 контрольного опыта, подготовленный, как указано в 5.3.

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

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

5.5 Обработка результатов анализа

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

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

где M_x — масса серебра в растворе пробы, г;

M — масса навески пробы, г.

5.6 Контроль точности анализа

Контроль метрологических характеристик результатов анализа проводят по ГОСТ 13047.1.

Нормативы контроля и погрешность метода анализа приведены в таблице 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

Библиография

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

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354

МКС 77.120.40

В59

ОКСТУ 1732

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Букина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 1.11.2002. Подписано в печать 22.11.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,65.
Тираж 247 экз. С 8608. Зак. 1047.

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