

## **НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ**

### **Метод определения теллура 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 13047.23—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 . . . . .  | 1 |
| 2 Нормативные ссылки . . . . .  | 1 |
| 3 Общие требования и требования безопасности . . . . .                                      | 1 |
| 4 Атомно-абсорбционный метод . . . . .  | 1 |
| 4.1 Метод анализа . . . . .   | 1 |
| 4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы . . . . . | 1 |
| 4.3 Подготовка к анализу . . . . .  | 2 |
| 4.4 Проведение анализа . . . . .  | 2 |
| 4.5 Обработка результатов анализа . . . . .   | 3 |
| 4.6 Контроль точности анализа . . . . .   | 3 |
| Приложение А Библиография . . . . .   | 3 |

**НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ****Метод определения теллура в никеле**Nickel. Cobalt. Method for determination of tellurium in nickel

---

Дата введения 2003—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения теллура при массовой доле от 0,00002 % до 0,0010 % 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 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****4.1 Метод анализа**

Метод основан на измерении поглощения при длине волны 214,3 нм резонансного излучения атомами теллура, 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 теллура.

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 теллура не более 0,00002 %.

Теллур высокой чистоты по [2].

Растворы теллура известной концентрации.

Раствор А массовой концентрации теллура 0,0001 г/см<sup>3</sup>: в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают навеску теллура массой 0,1000 г, приливают 10—15 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании, кипятят 2—3 мин, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают до метки водой.

Раствор Б массовой концентрации теллура 0,00001 г/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора А и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор В массовой концентрации теллура 0,000001 г/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора Б и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19.

Раствор Г массовой концентрации теллура 0,0000002 г/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 20 см<sup>3</sup> 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 теллура не более 0,00010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навески массой 1,000 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей теллура. Число навесок должно соответствовать числу точек градуировочного графика, включая контрольный опыт.

К пробам приливают 15—20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 40—50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до кипения, охлаждают, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

В колбы отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> раствора Г, в колбу с раствором контрольного опыта раствор теллура не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса теллура в растворах для градуировочного графика 1 составляет 0,0000002; 0,0000004; 0,0000006; 0,0000008; 0,0000010 г.

4.3.2 Для градуировочного графика 2 при определении массовых долей теллура свыше 0,00010 % в стаканы или колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навески массой 0,500 г проб никелевого порошка или стандартного образца состава никеля с установленной массовой долей теллура. 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 см<sup>3</sup> раствора В, в колбу с раствором контрольного опыта раствор теллура не вводят, доливают до метки водой и измеряют абсорбцию, как указано в 4.4.

Масса теллура 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 см<sup>3</sup> помещают навеску пробы массой 1,000 г при определении массовой доли теллура не более 0,00010 % или массой 0,500 г при определении массовой доли теллура свыше 0,00010 %, приливают 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до объема 5—7 см<sup>3</sup>, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают и доливают до метки водой.

Измеряют абсорбцию раствора пробы и растворов для градуировки при длине волны 214,3 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 см<sup>3</sup> 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 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               | 120—150         | 2—30     |
| Озоление            | 300—500         | 15—20    |
| Атомизация          | 2100—2300       | 4—8      |

По значениям абсорбции растворов для градуировки и соответствующим им массам теллура строят градуировочные графики.

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

#### 4.5 Обработка результатов анализа

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

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

где  $M_x$  — масса теллура 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 теллура | 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 $\Delta$ |
|-----------------------|---|---|--|-------------------------------------|
| 0,000020              | 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                             |

## ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

### Библиография

- [1] ТУ 6-09-1678—95\*      Фильтры обеззоленные (красная, белая, синяя ленты)  
 [2] ТУ 48-6-99—87        Теллур высокой чистоты марки Т-А1

\* Действует не территории Российской Федерации.

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

---

*Редактор Л.И. Нахимова  
Технический редактор Л.А. Гусева  
Корректор А.С. Черноусова  
Компьютерная верстка А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 01.11.2002. Подписано в печать 20.11.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,45.  
Тираж 253 экз. С 8577 Зак. 1025.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6  
Плр № 080102