

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
13047.6—
2014

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения углерода

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 13047.6—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13047.6—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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ. КОБАЛЬТ

Метод определения углерода

Nickel. Cobalt. Method for determination of carbon

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод инфракрасной спектроскопии определения углерода (при массовой доле углерода от 0,0010 % до 0,50 %) в первичном никеле по ГОСТ 849, никелевом порошке по ГОСТ 9722, кобальте по ГОСТ 123 и кобальтовом порошке по ГОСТ 9721.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9721—79 Порошок кобальтовый. Технические условия

ГОСТ 9722—97 Порошок никелевый. Технические условия

ГОСТ 13047.1—2014 Никель. Кобальт. Общие требования к методам анализа

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 Метод инфракрасной спектроскопии

4.1 Метод анализа

Метод основан на измерении светопоглощения инфракрасного излучения молекулами оксида углерода (IV) после выделения его из металла в результате сжигания в индукционной высокочастотной печи в потоке кислорода.

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

Анализатор углерода, основанный на принципе инфракрасной спектроскопии, с индукционной высокочастотной печью и весами для учета массы навески пробы.

Тигли огнеупорные керамические, прокаленные при температуре от 1100 °С до 1200 °С в течение 3—4 ч.

Плавни: плавни, предоставленные фирмой-изготовителем в комплекте с анализатором углерода; медь по ГОСТ 859 в виде стружки или проволоки; вольфрам по [1]; железо карбонильное по [2] и другие вещества, обеспечивающие сжигание пробы, и результаты контрольного опыта в соответствии с 4.3.

Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315 состава никеля, кобальта или сплавов на основе никеля, кобальта или железа с аттестованной массовой долей углерода.

4.3 Подготовка к анализу

Подготовку анализатора к работе и его градуировку проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Для построения градуировочного графика используют стандартные образцы состава никеля, кобальта или сплавов на основе никеля, кобальта или железа.

Навеску плавня такой массой, какую используют при анализе проб, помещают для проведения контрольного опыта в тигель и проводят анализ в соответствии с 4.4.

Допускается для введения плавня применять дозирующие приспособления.

Результат контрольного опыта считают удовлетворительным, если показание массовой доли углерода на цифровом табло анализатора не превышает значение показателя контроля точности (расширенной неопределенности) метода анализа, приведенное в 4.6 для определяемой массовой доли углерода.

При неудовлетворительном результате контрольного опыта рекомендуется прокалить тигли в соответствии с 4.2, а плавень в виде металла промыть ацетоном и высушить при температуре от 20 °С до 30 °С. Допускается использовать другие летучие органические растворители, обеспечивающие требуемые значения контрольного опыта.

4.4 Проведение анализа

Навеску пробы массой от 0,200 до 1,000 г помещают в тигель, добавляют плавень, масса которого должна быть одинаковой при проведении контрольного опыта, градуировки и анализа, и проводят анализ в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. При неудовлетворительной сходимости результатов параллельных определений допускается перед проведением анализа промыть пробу, отобранную в виде стружки, ацетоном и высушить при температуре от 20 °С до 30 °С.

4.5 Обработка результатов анализа

Результат измерения массовой доли углерода в процентах с учетом значения контрольного опыта выводится на дисплей или принтер анализатора.

4.6 Контроль точности результатов 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

Диапазон массовых долей углерода	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 ($k = 2$)
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0008	0,0009	0,0010	0,0009
Св. 0,0030 * 0,0050 *	0,0011	0,0014	0,0016	0,0013
* 0,0050 * 0,010 *	0,0022	0,0029	0,0036	0,0023
* 0,010 * 0,030 *	0,004	0,005	0,007	0,005
* 0,030 * 0,050 *	0,007	0,008	0,010	0,008
* 0,050 * 0,100 *	0,013	0,014	0,018	0,013
* 0,100 * 0,300 *	0,018	0,021	0,027	0,019
* 0,30 * 0,50 *	0,03	0,04	0,05	0,04

Библиография

- | | |
|------------------------------|---------------------------------------|
| [1] ТУ 48-19-30—91 | Штабики вольфрамовые сварные |
| [2] ТУ 6-09-05808009-262—92* | Железо карбонильное ОСЧ 13-2, ОСЧ 6-2 |

* Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.24/.25:543.06:006.354

МКС 77.120.40

Ключевые слова: никель, кобальт, углерод, 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 *Р.А. Менцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.09.2015. Подписано в печать 29.09.2015. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усп. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 37 экз. Зак. 3173.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru