ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

ГОСТ 6689.9—92

Издание официальное

БЗ 5—92/634

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения кобальта

Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for the determination of cobalt

ГОСТ 6689.9—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения кобальта (при массовой доле от 0,02 до 1,5%) в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

2.1. Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет соединения кобальта с нитрозо-Р-солью и измерении его оптической плотности.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм³.

Нитрозо-Р-соль, раствор 1 г/дм³, хранят в сосуде из темного стекла.

Кобальт марки К0 по ГОСТ 123.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,5 г кобальта растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1), добавляют 20 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Оста-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

ток охлаждают, растворяют в небольшом количестве воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

Раствор А можно готовить из сернокислого кобальта: 2,385 г $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г кобальта.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г кобальта.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для сплавов, содержащих свыше 0,1% хрома и кремния*

Навеску сплава 0,5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 1—2 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и растворяют при нагревании. После охлаждения добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и раствор упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки 30—40 см³ воды и растворяют при нагревании. При массовой доле кобальта в сплаве менее 0,1% используют весь раствор, а при массовой доле кобальта свыше 0,1% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Аликвотную часть раствора (см. табл. 1) или весь раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 50 см³, добавляют 10 см³ раствора уксуснокислого натрия, 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли и нагревают до кипения.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,02 до 0,1 включ.	Весь раствор
Св. 0,1 » 0,2 »	50
» 0,2 » 0,4 »	20
» 0,4 » 1,2 »	10
» 1,2 » 1,5 »	5

В кипящий раствор осторожно приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты и кипятят 2 мин. После охлаждения раствор доливают водой до метки и измеряют его оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda_{эф} \sim 490$ нм) или на спектрофотометре при 500 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения используют такой же раствор, но без добавления нитрозо-Р-соли.

Из полученного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора

контрольного опыта, измеренного относительно воды, а по найденной разнице оптических плотностей находят содержание кобальта.

2.3.2. *Для сплавов с массовой долей кремния менее 0,1%*

Навеску сплава 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и при массовой доле кобальта в сплаве менее 0,1% для анализа используют весь раствор, а при массовой доле кобальта свыше 0,1% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора Б кобальта, по 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий кобальта.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю кобальта (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса кобальта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,02 до 0,05 включ.	0,004	0,006
Св. 0,05 » 0,10 »	0,006	0,008
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,01
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,0 »	0,04	0,06
» 1,0 » 1,5 »	0,06	0,08

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами кобальта, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для кобальта.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1 и 1 : 100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кобальт по ГОСТ 123.

Стандартный раствор кобальта: 0,1 г кобальта растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г кобальта.

Медь по ГОСТ 859.

Раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди.

Никель по ГОСТ 849.

Раствор никеля: 10 г никеля растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г никеля.

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г берут для определения массовых долей кобальта 0,02—0,1% и массой 0,1 г для определения массовых долей кобальта 0,1—1,5%.

3.3.1. *Для сплавов, не содержащих кремния, хрома и вольфрама*

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию кобальта в пламени ацетилен-воздух при длине волны 240,7 нм параллельно с градуировочными растворами.

3.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний и хром*

Навеску сплава помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию кобальта, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1), затем добавляют 30 см³ горячей воды, выпавший осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на плотный фильтр и промывают горячей азотной кислотой (1 : 100). Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию кобальта, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 4,0; 7,0; 10,0; 12,0 и 15,0 см³ стандартного раствора кобальта, что соответствует 0,1; 0,4; 0,7; 1,0; 1,2 и 1,5 мг кобальта. При массовой доле кобальта менее 0,1 % добавляют во все колбы по 10 см³ раствора меди (если медь является основой сплава) или никеля (если никель является основой сплава) и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию кобальта, как указано в п. 3.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю кобальта (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация кобальта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.9—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.4.3; 3.4.3
ГОСТ 123—78	2.2; 3.2
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 849—70	2.2
ГОСТ 859—78	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4462—78	2.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2.4.3, 3.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб. 30.06.92 Подп. в печ. 24.07.92. Усл. п. л 0,5. Усл. кр.-отт. 0.5. Уч.-изд. л. 0,42. Тир 713 экз.

Ордена «Знак Почета». Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1317

gost.e-ecolog.ru