Группа В64

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения кобальта

Non-tin bronze.
Methods for the determination of cobalt

ГОСТ 15027.15—83

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения кобальта (при массовой доле кобальта от 0,01 % до 0,6 %) в безоловянных бронзах.

Стандарт полностью соответствует стандарту СЭВ 1537—79.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании кобальтом с нитрозо-Р-солью окрашенного комплексного соединения и измерении оптической плотности полученного раствора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Смесь кислот: 30 $см^3$ серной кислоты вливают постепенно в 75 $см^3$ воды, раствор охлаждают и добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 $г/дм^3$; хранят в темном сосуде.

Кобальт по ГОСТ 123 с массовой долей кобальта не менее 99,9 %.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,1 г кобальта растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты и окислы азота удаляют кипячением. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,0001 г кобальта.

Раствор Б: 25 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00001 г кобальта.

Нитрозо-Р-соль по ТУ 6—09—07—1582, раствор 4 $г/дм^3$ (хранить в сосуде из темного стекла).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан, вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 30 $см^3$ смеси кислот сначала без нагревания, а затем при нагревании. После растворения пробы окислы азота удаляют кипячением.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,01 до 0,10	2,5	10
Св. 0,1 » 0,4	0,5	10
» 0,4 » 0,6	0,6	5

Раствор разбавляют водой до объема 150 см³ и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1. Электролит переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки и перемешивают.

В случае необходимости раствор фильтруют.

В зависимости от массовой доли кобальта в бронзе отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 1. Аликвотную часть раствора помещают в два стакана вместимостью по 100 см³. В первый стакан добавляют 10 см³ раствора уксуснокислого натрия, 5 см³ раствора нитрозо-Р-соли и кипятят 1—2 мин, затем добавляют 10 см³ азотной кислоты (1:1) и снова кипятят 1—2 мин.

Во второй стакан добавляют 10 см³ азотной кислоты (1:1), кипятят 1—2 мин, затем добавляют 5 см³ раствора нитрозо-Р-соли, 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и снова кипятят.

Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью по 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 520 нм в кювете 1 см или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при $\lambda_{эф}$ = 490 нм.

Раствором сравнения служит раствор из второй колбы.

Содержание кобальта вычисляют по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи стаканов вместимостью по 100 см³ вводят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б кобальта. Во все стаканы добавляют по 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и 5 см³ раствора нитрозо-Р-соли. Растворы кипятят 1—2 мин. Добавляют по 10 см³ азотной кислоты (1:1) и опять кипятят 1—2 мин. Растворы охлаждают и переводят в мерные колбы вместимостью по 50 см³, доливают до метки водой, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность, как указано в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий кобальта. По полученным значениям строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	d, %	D, %	Массовая доля кобальта, %	d, %	D, %
От 0,01 до 0,025 включ.	0,002	0,005	Св. 0,10 до 0,25	0,010	0,02
Св. 0,025 » 0,050	0,003	0,007	» 0,25 » 0,50	0,015	0,04
» 0,05 » 0,10	0,005	0,01	» 0,50 » 0,60	0,020	0,05

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят сопоставлением результатов, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

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 2 моль/дм^3 раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 2 моль/дм^3 раствор.

Кобальт по ГОСТ 123 с массовой долей кобальта не менее 99,9 %.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,5 г кобальта растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1:1), раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г кобальта.

Раствор Б: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г кобальта.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой, указанной в табл. 3, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в соответствующую мерную колбу (табл. 3) и доливают водой до метки.

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

Таблица 3

Массовая доля кобальта, %	Масса навески, г	Объем конечного раствора пробы, см^3
От 0,01 до 0,20	1	100
Св. 0,20 » 0,6	0,5	250

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 и 7,5 см^3 стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора А кобальта.

Во все колбы добавляют по 10 см^3 2 моль/дм^3 раствора азотной кислоты 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/см^3;

V — объем конечного раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2

3.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят сопоставлением результатов полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим методами в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета по стандартам от 23.02.83 № 911

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1537—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 199—78	2.2	ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 123—98	2.2, 3.2	ГОСТ 15027.1—77	1.1, 2.2
ГОСТ 3118—77	3.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4
ГОСТ 4204—77	2.2	ТУ 6—09—07—1582—87	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в марте 1988 г. (ИУС 6—88)

gost.e-ecolog.ru