УДК 669.15'293-198 : 546.73.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения содержания кобальта

ГОСТ 15933.12—70

Ferroniobium. Method for the determination of cobalt content

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания кобальта (при содержании кобальта от 0,005 до 0,10%).

Метод основан на образовании в уксуснокислом растворе комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью (1-нитрозо-2 нафтол-3,6-дисульфокислота, двунатриевая соль), окрашенного в розовый цвет. Мешающее влияние ниобия устраняют добавлением фторидов, при этом ниобий связывается в комплекс, а мешающее влияние железа, меди и никеля устраняют кипячением раствора с азотной кислотой.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1 : 4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, 50%-ный раствор.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Нитрозо-Р-соль, 0,1%-ный раствор.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525—68.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462—68.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 *г* металлического кобальта растворяют в 20 *мл* разбавленной 1 : 4 соляной кислоты в присутствии нескольких капель концентрированной азотной кислоты. Раствор кипятят до прекращения выделения окислов азота, переливают его в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доливают до метки водой и перемешивают.

1 *мл* раствора А содержит 0,1 *мг* кобальта.

Раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 *мл* раствора А, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают до метки водой и перемешивают.

1 *мл* раствора Б содержит 0,01 *мг* кобальта.

Стандартные растворы можно приготовить из хлористой или сернокислой соли кобальта.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,8074 *г* хлористого кобальта ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) или 0,9538 *г* сернокислого кобальта ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$) растворяют в 0,02 н растворе серной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 *л*, доливают до метки 0,02 н раствором серной кислоты и перемешивают.

1 *мл* раствора А содержит 0,2 *мг* кобальта.

Раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 5 *мл* раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают до метки 0,02 н раствором серной кислоты и перемешивают.

1 *мл* раствора Б содержит 0,01 *мг* кобальта.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску ферониобия 1 *г* помещают в платиновую чашку, приливают 5—7 *мл* фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, 5 *мл* концентрированной азотной кислоты. Стенки чашки обмывают водой, после чего приливают 10 *мл* концентрированной серной кислоты и выпаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения приливают 10 *мл* концентрированной соляной кислоты, 1—2 *мл* раствора фтористоводородной кислоты и нагревают до полного просветления раствора. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть 25 *мл* и нейтрализуют аммиаком до появления осадка, который растворяют в разбавленной 1 : 4 серной кислоте, добавляя ее по каплям из бюретки. При этом может остаться нерастворившимся белый осадок гидрата окиси

ниобия. Затем приливают 5 *мл* 50%-ного раствора уксуснокислого натрия, нагревают раствор до кипения и кипятят 3—5 *мин* до выпадения в осадок гидрата окиси железа. После этого приливают 10 *мл* 0,1%-ного раствора ниторозо-Р-соли и снова кипятят 1 *мин* для образования комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью.

Образовавшийся осадок растворяют в 10 *мл* концентрированной азотной кислоты, приливая ее до просветления раствора, и кипятят в течение 1 *мин* для разрушения комплексных соединений сопутствующих элементов (железо, никель, медь). После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают до метки водой и перемешивают. Если раствор остается мутным, то его отфильтровывают через сухой фильтр.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 508 *нм*) в кювете с толщиной слоя 50 *мм*.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

3.1. Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 *мл* отмеривают пипеткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 *мл* стандартного раствора Б, что соответствует 5; 10; 15; 25; 30; 40 и 50 *мкг* кобальта, приливают по 10 *мл* воды, около 0,5 *мл* фтористоводородной кислоты и нейтрализуют по лакмусу аммиаком до щелочной реакции. Избыток аммиака нейтрализуют из бюретки по каплям разбавленной 1 : 4 серной кислотой до изменения синей окраски лакмусовой бумаги в розовую. Затем прибавляют 5 *мл* 50%-ного раствора уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в разд. 3.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям кобальта строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание кобальта (X) в процентах вычисляют по формулам:

при построении калибровочного графика

$$X = \frac{g \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

g — количество кобальта, найденное по калибровочному графику, в *мг*;

G — навеска, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для колориметрирования, в *г*;

при сравнении со стандартным раствором кобальта

$$X_1 = \frac{c\,(D - D_1)}{D_2 - D_1},$$

где:

c — содержание кобальта в стандартном образце в %;

D — оптическая плотность исследуемого раствора;

D_1 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D_2 — оптическая плотность раствора стандартного образца.

При отсутствии стандартного образца с известным содержанием кобальта его содержание можно вычислить по стандартному раствору кобальта по формуле:

$$X_2 = \frac{c\,(D - D_1) \cdot 100}{(D_2 - D_1) \cdot G},$$

где:

c — содержание кобальта в стандартном растворе, близком по оптической плотности к анализируемому раствору, в *г*;

D — оптическая плотность исследуемого раствора;

D_1 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D_2 — оптическая плотность стандартного раствора кобальта;

G — навеска пробы в *г*.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание кобальта в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,005 до 0,010	0,003
Св. 0,010 „ 0,020	0,004
„ 0,020 „ 0,050	0,006
„ 0,050 „ 0,070	0,007
„ 0,070 „ 0,100	0,010

gost.e-ecolog.ru