МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Метод определения кобальта

ГОСТ 23859.9—79

Bronze fire-resistance.
Method for the determination of cobalt

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок введения установлен

с 01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кобальта (при массовой доле кобальта от 0,1 до 2 %) в жаропрочных медных сплавах.

Метод основан на взаимодействии кобальта (II) с нитрозо-Р-солью, в процессе которого кобальт (II) окисляется до кобальта (III) с образованием окрашенного в красный цвет комплекса, отличающегося высокой прочностью. Оптическую плотность раствора комплекса измеряют при 500 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/дм^3.

Нитро-Р-соль, раствор 10 г/дм^3, хранят в сосуде из темного стекла.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462—78.

Кобальт марки КО по ГОСТ 123—98.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А. 0,5 г кобальта растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Охлаждают, остаток растворяют в небольшом количестве воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

Раствор А можно готовить также из сернокислого кобальта. Для этого 2,385 г $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ растворяют в воде и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки. 1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г кобальта.

Раствор Б. 10 см^3 раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки водой. 1 см^3 раствора Б содержит 0,00005 г кобальта.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1,2, утвержденными в июне 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 9—85, 7—90).

gost.e-ecolog.ru

Электролизная установка с источником питания постоянного тока.

Платиновые электроды по ГОСТ 6563—75.

Разд. 2 **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, 2—3 см^3 фтористоводородной кислоты и нагревают до растворения навески. После растворения чашку охлаждают, добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 30—40 см^3 воды и нагревают до полного растворения солей. Раствор переносят в стакан вместимостью 250—300 см^3, добавляют 10 см^3 азотной кислоты (1:1), воды до 150 см^3 и выделяют медь электролизом по ГОСТ 23859.1—79. Раствор после электролиза упаривают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают аликвотную часть раствора — 10 см^3 (при массовой доле кобальта от 0,1 до 1 %) или 5 см^3 (при массовой доле кобальта от 1 до 2 %), прибавляют 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 10 см^3 раствора нитрозо-Р-соли и нагревают до кипения. В кипящий раствор осторожно приливают 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и кипятят 2 мин. Охлажденный раствор доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см на спектрофотометре при 500 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda_{эфф}$ = 540 нм).

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий все реактивы в тех же количествах и приготовленный точно так же. В полученный результат вводят поправку на поглощение такой же аликвотной части анализируемого раствора, обработанного точно так же, но без введения нитрозо-Р-соли.

3.2. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см^3 раствора Б кобальта, добавляют 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий кобальта.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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 сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d = 0{,}02 + 0{,}03X,$$

где X — массовая доля кобальта в сплаве, %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. 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, вычисленных по формуле

$$D = 0{,}03 + 0{,}04X,$$

где X — массовая доля кобальта в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87.

4.3, 4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru