МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.24 : 546.73.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИКЕЛЬ

Методы определения кобальта

Nickel. Methods for the determination of cobalt

ГОСТ 13047.6—81*

Взамен ГОСТ 13047.6—67

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1981 г. № 5514 срок введения установлен

с 01.01.82

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

Настоящий стандарт устанавливает методы определения кобальта в никеле: фотометрический с роданидом и диантипирилметаном при массовой доле его от 0,1 до 0,8 %; фотометрический с нитрозо-*Р*-солью при массовой доле его от 0,003 до 0,8 %; потенциометрический при массовой доле его от 0,25 до 1,0 %; атомно-абсорбционный при массовой доле его от 0,003 до 0,8 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2249—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13047.1—81. Контроль точности результатов анализа осуществляют по ГСО или методом добавок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ С РОДАНИДОМ И ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте, экстракции комплексного соединения кобальта с роданидом и диантипирилметаном из 0,5 М раствора соляной кислоты и последующем измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 620 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 3 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 5 н. раствор.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее СССР X изд., раствор 100 г/дм^3, свежеприготовленный.

Аммоний роданистый, раствор 400 г/дм^3.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, перегнанный.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание (июль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1986 г. (ИУС 10—86)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Диантипирилметан, раствор 20 г/дм^3 в хлороформе.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Кобальт металлический по ГОСТ 123—98.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 1,0000 г кобальта растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг кобальта.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг кобальта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску никеля массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

При массовой доле до 0,5 % кобальта отбирают 20 см^3 раствора в стакан вместимостью 150 см^3, при массовой доле свыше 0,5 % кобальта — 10 см^3. В стакан приливают 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. Снова прибавляют 10 см^3 соляной кислоты и повторяют выпаривание. К остатку добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, 5 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 10 см^3 раствора роданистого аммония, доливают водой до 50 см^3 и раствор в воронке перемешивают после добавления каждого реактива. Добавляют 10 см^3 раствора диантипирилметана и экстрагируют в течение 2 мин. После расслоения органическую фазу переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Экстракцию повторяют два раза с 5 см^3 раствора диантипирилметана. Экстракты объединяют в мерной колбе и доливают хлороформом до метки. В колбу добавляют 0,3 г сернокислого натрия и перемешивают до осветления раствора.

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 620 нм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Массу кобальта находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести делительных воронок вместимостью по 100 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мг кобальта. Во все воронки наливают по 5 см^3 раствора соляной кислоты и 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий кобальт.

По полученным значениям оптических плотностей растворов к соответствующим им массовым концентрациям кобальта строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

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

m_2 — масса кобальта в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля кобальта, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,0003 до 0,006	0,002	Св. 0,06 до 0,12	0,02
Св. 0,006 » 0,01	0,003	» 0,12 » 0,25	0,03
» 0,01 » 0,03	0,004	» 0,25 » 0,5	0,04
» 0,03 » 0,06	0,01	» 0,5 » 0,8	0,05

3. МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ С НИТРОЗО-*Р*-СОЛЬЮ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте, экстракции кобальта в хлороформ в виде комплексного соединения с роданидом и диантипирилметаном из 0,5 М раствора соляной кислоты, реэкстракции в водный буферный раствор и измерении оптической плотности комплекса кобальта с нитрозо-*Р*-солью при длине волны 500 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

pH-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, растворы 3 : 2 и 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 5 н. раствор.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее СССР X изд., раствор 100 г/дм^3, свежеприготовленный.

Аммоний роданистый, ГОСТ 27067—86, раствор 400 г/дм^3.

Диантипирилметан, раствор 20 г/дм^3, в хлороформе.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, перегнанный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75 и растворы 1 : 1 и 0,2 М.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 50 %-ный и 0,2 М растворы.

Буферный раствор: 150 см^3 0,2 М раствора уксусной кислоты смешивают с 850 см^3 0,2 М раствора уксуснокислого натрия. pH раствора должно быть 5,3 ± 0,1. Устанавливают его на pH-метре добавлением уксусной кислоты или 50 %-ного раствора уксуснокислого натрия.

Нитрозо-*Р*-соль по ТУ 6—09—07—1582—87, раствор 1 г/дм^3.

Раствор хранят в темном сосуде.

Кобальт металлический по ГОСТ 123—98.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,2000 г кобальта растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,2 мг кобальта.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли кобальта, в соответствии с табл. 2, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в растворе азотной кислоты 3 : 2.

После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	Масса навески никеля, г	Объем раствора азотной кислоты 3 : 2 для растворения, см^3	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3
От 0,003 до 0,01	5	40	40
Св. 0,01 » 0,1	1	15	25
» 0,1 » 0,5	0,5	10	10
» 0,5 » 0,8	0,5	10	5

Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 2 отбирают в стакан вместимостью 150 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. Вновь приливают 10 см^3 соляной кислоты и выпаривание повторяют. К остатку добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, 5 см^3 воды и

нагревают до растворения. Раствор охлаждают, переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 10 см^3 раствора роданистого аммония, перемешивая после добавления каждого реактива. Раствор доливают водой до 50 см^3 и перемешивают. Добавляют 10 см^3 раствора диантипирилметана и экстрагируют в течение 1 мин. После расслоения фаз помещают органический слой в другую делительную воронку вместимостью 100 см^3. К водной фазе добавляют два раза по 5 см^3 раствора диантипирилметана и экстракцию повторяют. Экстракты объединяют и кобальт дважды реэкстрагируют в течение 1 мин буферным раствором, добавляя его по 15 см^3. Реэкстракты сливают в стакан, прибавляют 0,5 см^3 раствора уксусной кислоты 1 : 1, и раствор выпаривают до 10—20 см^3. Затем прибавляют 5 см^3 50 %-ного раствора уксуснокислого натрия и кипятят 2—3 мин. Затем добавляют 10 см^3 раствора нитрозо-*Р*-соли, снова кипятят 2—3 мин, приливают 10 см^3 раствора азотной кислоты 1 : 1 и еще раз кипятят в течение 1 мин.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 500 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу кобальта находят по градуировочному графику.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи делительных воронок вместимостью по 100 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг кобальта. Во все воронки наливают по 5 см^3 раствора соляной кислоты, 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 10 см^3 раствора роданистого аммония, доводят водой до объема 50 см^3, перемешивают, добавляют 10 см^3 раствора диантипирилметана и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий кобальт.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим массовым концентрациям кобальта строят градуировочный график.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

4. МЕТОД ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте и последующем титровании кобальта раствором железосинеродистого калия.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр.

Мешалка электромагнитная типа ММ-3.

Электроды, состоящие из платиновых проволок, впаянных в стеклянные трубочки (см. чертеж).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, перегнанная и раствор 3 : 2.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный.

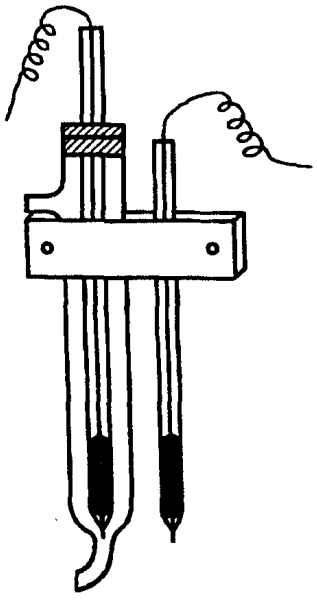
Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 300 г/дм^3.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, раствор 250 г/дм^3.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206—75, перекристаллизованный из водного раствора и высушенный при 70—75 °С.

Растворы железосинеродистого калия для титрования кобальта.

Электроды для выполнения анализа потенциометрическим методом



Раствор А: 5,58 г перекристаллизованной соли растворяют в 50—60 см^3 воды. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем до метки водой и перемешивают.

1 см^3 полученного раствора соответствует примерно 1 мг кобальта.

Раствор хранят в темной склянке.

Раствор Б: 250 см^3 раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 см^3 водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б соответствует приблизительно 0,5 мг кобальта.

Массовую концентрацию раствора железосинеродистого калия устанавливают по стандартному образцу никеля. Для этого берут навеску стандартного образца никеля массой 1 г и далее проводят анализ, как указано в п. 4.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Проведение анализа

Навеску никеля массой 1 г растворяют при нагревании в 15 см^3 раствора азотной кислоты 3 : 2, выпаривают раствор до 5—6 см^3, прибавляют 30 см^3 воды, кипятят до удаления окислов азота и охлаждают. В холодный раствор приливают 10 см^3 раствора сернокислого аммония, 5 см^3 раствора лимонной кислоты, 40—60 см^3 аммиака и 80 см^3 воды. Аммиак следует добавлять небольшими порциями, следя за тем, чтобы раствор не разогревался. При разогревании раствор следует быстро охладить.

В подготовленный раствор погружают электроды, включают потенциометр и мотор мешалки. *Титруют раствором железосинеродистого калия, добавляя его из бюретки по одной капле.*

Конец титрования устанавливают по резкому отклонению стрелки гальванометра или по сигнальной лампе потенциометра.

4.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора железосинеродистого калия, израсходованный на титрование, см^3;

C — массовая концентрация раствора железосинеродистого калия по кобальту, г/см^3;

m — масса никеля, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля кобальта, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,25 до 0,50	0,04
Св. 0,50 » 0,75	0,05
» 0,75 » 1,00	0,06

5. МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении никеля в азотной кислоте с последующим измерением атомной абсорбции кобальта в пламени ацетилен — воздух при длине волны 240,7 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источник излучения для кобальта.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1 : 1.

Порошок никелевый по ГОСТ 9722—97 с массовой долей кобальта менее 0,001 %.

Раствор никеля: 25,0 г никеля растворяют в 200 см^3 раствора азотной кислоты. После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Кобальт металлический по ГОСТ 123—98.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 1,0000 г кобальта растворяют в 30 см^3 раствора азотной кислоты, удаляют окислы азота кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1,0 мг кобальта.

Раствор Б: 25 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг кобальта.

Раствор В: 50 см^3 раствора Б отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 раствора азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,02 мг кобальта.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску никеля массой, установленной в зависимости от массовой доли кобальта в пробе, в соответствии с табл. 4, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в растворе азотной кислоты.

Таблица 4

Массовая доля кобальта, %	Масса навески никеля, г	Объем раствора азотной кислоты для растворения, см^3
От 0,003 до 0,005 включ.	1,5	20
Св. 0,005 » 0,10 »	1,0	15
» 0,1 » 0,8 »	0,5	10

После удаления окислов азота кипячением раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. При массовой доле в никеле свыше 0,1 % кобальта отбирают в другую мерную колбу вместимостью 100 см^3 аликвотную часть анализируемого раствора 20 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию кобальта в анализируемом растворе в пламени ацетилен — воздух при длине волны 240,7 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и растворами контрольного опыта.

Концентрацию кобальта находят по градуировочному графику.

Для определения концентрации кобальта допускается использовать метод добавок.

5.3.2. *Построение градуировочного графика при массовой доле кобальта в пробе до 0,005 %*

В пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0,04; 0,05; 0,06; 0,07 и 0,08 мг кобальта. Во все колбы наливают по 30,0 см^3 раствора никеля, доливают до метки водой и перемешивают. Атомную абсорбцию кобальта измеряют в пламени ацетилен — воздух при длине волны 240,7 нм непосредственно перед и после измерения абсорбции кобальта в анализируемом растворе.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим массовым концентрациям кобальта строят градуировочный график с введением поправки на абсорбцию раствора, не содержащего кобальта.

5.3.1, 5.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.3.3. *Построение градуировочного графика при массовой доле кобальта в никеле свыше 0,005 до 0,1 %*

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают 0,50; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,050; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80 и 1,0 мг кобальта. Во все колбы наливают по 20 см^3 раствора никеля, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию кобальта, как указано в п. 5.3.2.

5.3.4. *Построение градуировочного графика при массовой доле кобальта свыше 0,1 %*

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и

8,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 и 0,8 мг кобальта. Во все колбы наливают по 2 см^3 раствора никеля, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию кобальта, как указано в п. 5.3.2.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация кобальта в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация кобальта в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем фотометрического раствора, см^3;

m — масса навески никеля, соответствующая аликвотной части раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.07.99. Подписано в печать 10.08.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80.
Тираж 132 экз. С3486. Зак. 648.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru