ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 741.6—91, ГОСТ 741.13—91

Издание официальное

28 р. 25 к. БЗ 7—91/813

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.25.546.72.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Методы определения железа

Cobalt.
Iron determination methods

ГОСТ 741.6—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа при массовой доле от 0,0005 до 0,8 % и атомно-абсорбционный метод при массовой доле от 0,01 до 0,8 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 741.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении светопоглощения окрашенного комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой при длине волны 415 нм после предварительного выделения экстракцией изоамиловым эфиром уксусной кислоты из солянокислого раствора с последующей реэкстракцией.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Термостат или сушильный шкаф, позволяющий получать температуру нагрева 120 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, очищенная, растворы 3 : 2, 1 : 1 и 9М раствор: 200 см³ соляной кислоты помещают в делительную воронку вместимостью 500 см³, добавляют 25 см³ изоамилацетата и встряхивают в течение 2 мин. После расслоения жидкости органический слой отбрасывают и повторяют экстрак-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

цию с 10—15 см³ изоамилацетата. После расслоения жидкости органический слой отбрасывают. Очищенная кислота используется для работы в течение двух суток.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, раствор 1 : 1 и 9 М раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, перегнанный.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 7478, раствор 100 г/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамил-ацетат), перегнанный.

Вода бидистиллированная.

Порошок железный по ГОСТ 9849.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,5000 г порошка железного растворяют при нагревании в 20 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $5 \cdot 10^{-4}$ г железа.

Раствор Б: 100 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г железа.

Раствор В: 10 см³ стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки 9 М раствором азотной кислоты.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г железа.

2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой, указанной в табл. 1, растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1 и выпаривают до объема 5—7 см³. Затем приливают 15 см³ 9 М раствора соляной кислоты, нагревают для растворения солей.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, см³	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,0005 до 0,003 включ.	2,0000	—	Весь раствор
Св. 0,003 » 0,006 »	1,0000	—	То же
» 0,006 » 0,05 »	0,5000	—	»
» 0,05 » 0,2 »	1,0000	200	20
» 0,2 » 0,5 »	1,0000	200	10
» 0,5 » 0,8 »	0,5000	200	10

При массовой доле железа до 0,05 % весь раствор переводят в делительную воронку вместимостью 200 см³. Стакан обмывают 15 см³ раствора 9 М соляной кислоты и той же кислотой доводят объем раствора в делительной воронке до 40 см³.

При массовой доле железа свыше 0,05 % раствор переносят в мерную колбу, доливают до метки раствором 9 М соляной кислоты и отбирают аликвотную часть, приведенную в табл. 1.

После охлаждения в делительную воронку добавляют 25 см³ изоамилацетата и проводят экстракцию в течение 1 мин. Водный слой сливают во вторую делительную воронку и повторяют экстракцию 20 см³ изоамилацетата в течение 1 мин.

Органические экстракты объединяют, водный слой отбрасывают. Объединенный экстракт дважды промывают 9 М раствором соляной кислоты порциями по 15 см³ в течение 30 с.

При массовой доле железа свыше 0,01 % проводят реэкстракцию 50 см³ бидистиллированной воды в течение 30 с. Водный слой, содержащий железо, сливают в стакан.

К реэкстрактам в стаканах приливают 1—2 см³ серной кислоты, нагревают для удаления следов изоамилацетата, охлаждают, затем переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

При массовой доле железа до 0,01 % реэкстракцию повторяют дважды 15 см³ бидистиллированной воды и переводят реэкстракт в стакан.

К реэкстрактам в стаканах приливают 1—2 см³ серной кислоты, нагревают для удаления следов изоамилацетата, охлаждают, затем переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³.

К реэкстракту в мерной колбе приливают 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до появления желтого окрашивания, затем избыток 2 см³ доливают до метки водой. Через 10—15 мин измеряют светопоглощение раствора при длине волны 400 или 415 нм.

В качестве раствора сравнения используют бидистиллированную воду.

Массу железа в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу железа в растворе контрольного опыта.

2.4. Построение градуировочных графиков

2.4.1. *Построение градуировочного графика при массовой доле железа до 0,01 %*

В делительные воронки помещают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 5,00; 6,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; $0{,}060 \cdot 10^{-3}$ г железа, доливают до объема 40 см³ 9 М раствором соляной кислоты, приливают 25 см³ изоамилацетата и экстрагируют в течение 1 мин. Далее — в соответствии с п. 2.3.

В качестве раствора сравнения используют бидистиллированную воду.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам железа строят градуировочный график с поправкой на величину светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего железа.

2.4.2. *Построение градуировочного графика при массовой доле железа свыше 0,01 %*

В делительные воронки помещают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 2,50; 3,00; 4,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,25; 0,30; $0{,}40 \cdot 10^{-3}$ г железа, доливают до объема 40 см³ 9 М раствором соляной кислоты, приливают 25 см³ изоамилацетата и экстрагируют в течение 1 мин. Далее — в соответствии с п. 2.3.

Измеряют светопоглощение, как указано в п. 2.4.1.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю железа (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V_1 100}{m V},$$

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

V_1 — общий объем раствора, см³;

m — масса навески кобальта, г;

V — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d) и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0005
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0006	0,0007
» 0,0020 » 0,0040 »	0,0008	0,0008
» 0,004 » 0,008 »	0,002	0,002
» 0,008 » 0,0150 »	0,002	0,002
» 0,015 » 0,030 »	0,004	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,009	0,009
» 0,060 » 0,120 »	0,018	0,018
» 0,12 » 0,25 »	0,03	0,03
» 0,25 » 0,50 »	0,04	0,04
» 0,50 » 0,80 »	0,05	0,05

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен-воздух при длине волны 248,4 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Источник излучения для железа.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, раствор 1 : 1.

Кобальт металлический марки К0 по ГОСТ 123; раствор азотнокислого кобальта: навеску кобальта массой 10,00 г растворяют в 70 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1, выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 15—20 см³ воды и нагревают до растворения солей. Затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-1}$ г кобальта.

Порошок железный по ГОСТ 9849.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,5000 г порошка железного растворяют при нагревании в 20 см³ раствора азотной кислоты, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $5 \cdot 10^{-4}$ г железа.

Раствор Б: 20 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ железа.

3.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой, указанной в табл. 3, растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты. Раствор выпаривают до объема 5—10 см³, приливают 20 см³ дистиллированной воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Для анализа используют весь раствор или аликвотную часть в зависимости от содержания железа (см. табл. 3).

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, см³	Аликвотная часть, см³
От 0,01 до 0,1 включ.	1,0000	100	—
Св. 0,1 » 0,2 »	0,5000	100	—
» 0,2 » 0,4 »	1,0000	100	25
» 0,4 » 0,8 »	1,0000	100	10

Распыляют последовательно в пламя анализируемые растворы, градуировочные растворы, растворы контрольного опыта и измеряют величины атомной абсорбции железа при длине волны 248,4 нм.

Концентрацию железа в анализируемых растворах находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию железа в растворах контрольного опыта.

3.4. Построение градуировочного графика при массовой доле железа до 0,2 %

В мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают 5—10 см³ раствора азотнокислого кобальта, отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00 см³ стандартного раствора Б и 1,50; 2,00; 2,50; 3,00 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,50; 1,0; 2,0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; $15{,}0 \cdot 10^{-6}$ г/см³ железа и доливают до метки водой.

Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух в соответствии с п. 3.3

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям строят градуировочный график с поправкой на величину атомной абсорбции градуировочного раствора, не содержащего железо.

3.5. Построение градуировочного графика при массовой доле железа свыше 0,2 %

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00 см³ стандартного раствора Б и 1,50; 2,00; 2,50; 3,00 см³ стандартного раствора, что соответствует 0; 0,50; 1,0; 2,0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; $15{,}0 \cdot 10^{-3}$ г/см³ железа, доливают до метки водой и измеряют атомную абсорбцию железа в соответствии с п. 3.3.

3.6. Обработка результатов анализа

3.6.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — концентрация железа в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески кобальта, г.

3.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d) и результатов двух анализов, характеризующих воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. Л. Хитев, А. М. Мотенко, Л. В. Кирьянова, С. К. Калинин

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.11.91 № 1749

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 741.6—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 123—78	2.2, 3.2
ГОСТ 741.1—80	Разд. 1
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 7478—75	2.2
ГОСТ 9849—86	2.2, 3.2
ГОСТ 10929—86	2.2
ГОСТ 11125—84	2.2, 3.2
ГОСТ 14261—77	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2

gost.e-ecolog.ru