ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 741.0-80—ГОСТ 741.18-80

Издание официальное

Цена 30 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 741.0-80—ГОСТ 741.18-80

Издание официальное

МОСКВА—1980

РАЗРАБОТАНЫ Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

С. К. Калинин, Н. А. Жукова, Г. А. Плотникова

ВНЕСЕНЫ Министерством цветной металлургии СССР

Зам. министра **В. С. Устинов**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48

УДК 669.25 : 546.73.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ

Методы определения кобальта

COBALT
Methods for the determination of cobalt

ГОСТ 741.1—80

Взамен
ГОСТ 741.1—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 января 1980 г. № 48 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает весовой электролитический метод определения кобальта (при массовой доле кобальта до 98,0%) и расчетный метод определения кобальта (при массовой доле кобальта свыше 98,0%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 741.0—80.

2. ВЕСОВОЙ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА (при массовой доле кобальта до 98,0%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении кобальта электролизом из аммиачного раствора при плотности тока 3—4 А и напряжении 2—2,5 В. При электролизе одновременно с кобальтом на катоде осаждаются никель, медь, цинк, платина, содержание которых учитывают при вычислении результатов.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза.

Электроды платиновые сетчатые.

Мешалка механическая или магнитная.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 10.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.
Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.
Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 50%-ный раствор.
Нитрозо-Р-соль по ГОСТ 10553—75, 0,1%-ный раствор.
Кобальт по ГОСТ 123—78.
Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,5 г металлического кобальта марки К0 растворяют в 15 мл азотной кислоты (1 : 1), после растворения навески добавляют 15 мл серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до паров серного ангидрида. Соли растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл. Доводят до метки водой, перемешивают.

1 мл раствора А содержит 1 мг кобальта.

Раствор Б: 5 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доводят до метки водой, перемешивают. Готовят в день применения.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой 1 г растворяют в стакане вместимостью 300 мл в 15 мл азотной кислоты (1 : 1). К раствору прибавляют 15 мл серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты, затем слегка охлаждают, приливают 10 мл воды и повторяют выпаривание. Остаток охлаждают, растворяют соли в 50 мл воды, добавляют 5 г сернокислого аммония и нагревают содержимое стакана до растворения сернокислых солей. После этого раствор снова охлаждают, осторожно приливают раствор аммиака до появления запаха, а затем избыток 50 мл. Гидроокись железа отфильтровывают, промывают водой и сохраняют для определения кобальта. К фильтрату прибавляют 2 г гидразина. Раствор разбавляют водой до 200 мл и подвергают электролизу при комнатной температуре, силе тока 3—4 А и напряжении 2—2,5 В, применяя в качестве анода и катода предварительно взвешенные платиновые сетчатые электроды. Электролиз ведут в течение 1—1,5 ч при перемешивании до полного обесцвечивания раствора и затем еще 15—20 мин.

Во время электролиза стакан с раствором закрывают двумя половинками часового стекла с выточенными в середине отверстиями для мешалки и электродов.

По окончании электролиза стакан с электролитом убирают и не выключая тока, промывают электроды водой, вынимают их из гнезд, промывают спиртом, сушат при 105 °С и взвешивают. Привес на катоде дает содержание кобальта, никеля, меди и цинка в навеске металла, а также содержание платины, выделившейся в результате растворения анода.

Для определения кобальта в гидроокиси железа и в электролите осадок гидроокиси железа растворяют в серной кислоте (1 : 10) и объединяют с раствором электролита, нейтрализуют серной кислотой (1 : 10), подпаривают общий объем, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 мл, отбирают аликвотную часть раствора 25 мл, нейтрализуют аммиаком до появления гидроокиси железа, которую растворяют в нескольких каплях серной кислоты (1 : 1), и дают одну каплю избытка, после чего приливают 5 мл 50%-ного раствора уксуснокислого натрия, кипятят 2 мин, прибавляют 10 мл нитрозо-Р-соли и кипятят 2 мин, приливают 5 мл азотной кислоты (1 : 1) и снова кипятят 2 мин. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 мл, разбавляют водой до метки, перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 520 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода. Одновременно проводят через весь ход анализа контрольный опыт.

Из величины оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта. По градуировочному графику находят массовую долю кобальта.

2.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика отбирают в колбы вместимостью по 100 мл 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,01; 0,015; 0,02; 0,025 мг кобальта, разбавляют водой до 15 мл, нейтрализуют аммиаком и далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.

2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \cdot 100}{m} + C - (C_1 + C_2 + C_3),$$

где m_1 — масса катода с осажденными кобальтом, никелем, медью, цинком и платиной, г;

m_2 — масса чистого катода, г;

m_3 — потеря массы анода, г;

m — масса навески, г;

C — массовая доля кобальта в гидроокиси железа и электролите, %;

C_1 — массовая доля никеля в пробе, %;

C_2 — массовая доля меди в пробе, %;

C_3 — массовая доля цинка в пробе, %.

2.5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения

между которыми не превышают 0,2% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3. РАСЧЕТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА
(при массовой доле кобальта свыше 98,0%)

3.1. Массовую долю кобальта устанавливают по разности между 100% и суммой регламентируемых примесей, включая алюминий и кремний.

Группа В59

Изменение № 1 ГОСТ 741.1—80 Кобальт. Методы определения кобальта

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.01.86 № 54 срок введения установлен

с 01.07.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на $см^3$.

Раздел 1 изложить в новой редакции: «1. **Общие требования**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81 с дополнениями.

1.1.1. Отбор и подготовку проб к анализу проводят по ГОСТ 123—78.

1.1.2. Массовую долю примесей в кобальте определяют параллельно в трех навесках с тремя контрольными опытами для внесения в результат анализа поправки на загрязнение реактивов.

1.2. Требования безопасности

1.2.1. При выполнении химического анализа применяемые реактивы и кобальт (в виде аэрозоля) являются токсичными веществами.

Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны и класс опасности этих веществ — по ГОСТ 12.1.005—76 и ГОСТ 12.1.007—76.

1.2.2. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует выполнять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—76, ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.016—79.

(Продолжение см. с. 72)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.1—80)

Анализ проб воздуха на содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует выполнять по методам определения вредных веществ в воздухе, утвержденным Министерством здравоохранения СССР.

1.2.3. Утилизация, удаление и обезвреживание отходов от производства анализов — по нормативно-технической документации.

1.2.4. Все лица, связанные с анализом кобальта, должны быть обеспечены спецодеждой, коллективными и индивидуальными средствами защиты по ГОСТ 12.4.131—83, ГОСТ 12.4.132—83, ГОСТ 20010—74, ГОСТ 12.4.029—76, ГОСТ 12.4.003—80, ГОСТ 12.4.013—85, ГОСТ 12.4.023—84, ГОСТ 12.4.034—85.

1.2.5. При работе с газовыми установками следует выполнять требования ГОСТ 12.2.008—75 и правила безопасности в газовом хозяйстве, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

Все электроустановки и электроаппаратура, применяемые в лаборатории при выполнении анализов, должны соответствовать ГОСТ 12.2.007—75 и правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором СССР».

Пункт 2 2. Заменить слова и ссылку: «50 %-ный раствор» на «раствор 500 г/дм^3», «0,1 %-ный раствор» на «раствор 1 г/дм^3»; ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—72.

Пункт 2.3. Четвертый абзац. Исключить слово: «50 %-ного»; заменить слова: «нитрозо-Р-соли» на «раствора нитрозо-Р-соли».

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,40 %».

(ИУС № 5 1986 г.)

Группа В59

Изменение № 2 ГОСТ 741.1—80 Кобальт. Методы определения кобальта

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает электрогравиметрический метод определения кобальта при массовой доле до 98,00 % и расчетный метод при массовой доле кобальта свыше 98,00 %».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 25086—81 на ГОСТ 25086—87.

(Продолжение см. с. 24)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.1—80)

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.1.3, 1.1.4: «1.1.3. Контроль точности результатов анализа осуществляют по стандартным образцам любой категории, по синтетическим смесям и методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87.

Периодичность проведения контроля точности результатов анализа по нормативно-технической документации.

1.1.4. Допускается проводить анализы другими методами, обеспечивающими точность определений в пределах, установленных данными стандартами.

В случае разногласий анализы следует выполнять методами, изложенными в стандартах».

(Продолжение см. с. 25)

Пункты 1.2.2—1.2.4 изложить в новой редакции: «1.2.2. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны, выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль за содержанием следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Министерством здравоохранения СССР, или по методикам, соответствующим ГОСТ 12.1.016—79.

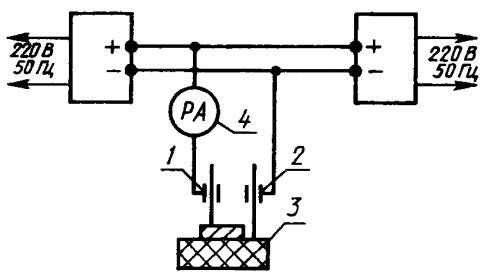
1.2.3. Утилизация, удаление и обезвреживание отходов от производства анализов — по нормативно-технической документации.

1.2.4. Все лица, связанные с анализом кобальта, должны быть обеспечены специальной одеждой и другими индивидуальными средствами защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим, утвержденные Госкомтруд СССР».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2.6: «1.2.6. Лабораторные помещения должны обеспечиваться приточно-вытяжной вентиляцией, соответствующей ГОСТ 12.4.021—75, и бытовыми помещениями, соответствующими требованиям СНиП 2.09.04—87».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции: «2.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Установка для электролиза (чертеж).



1, 2 — цанговый зажим; *3* — платиновые сетчатые электроды (комплект); *4* — амперметр

Электроды платиновые сетчатые по ГОСТ 6563—75.
Мешалка механическая или магнитная.
Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1:1.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы 1:1, 1:10.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный.
Аммиак сернокислый по ГОСТ 3769—78.
Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.
Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/дм^3.
Нитрозо-Р-соль, раствор 1 г/дм^3.
Кобальт металлический по ГОСТ 123—78.
Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,5000 г металлического кобальта марки КО растворяют в 15 см^3 раствора азотной кислоты, после растворения навески добавляют 15 см^3 серной кислоты (1:1) и выпаривают до паров серного ангидрида. Соли растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой.

1 см^3 раствора А содержит $1 \cdot 10^{-3}$ г кобальта.

(Продолжение см. с. 26)

Раствор Б: 5 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой. Готовят в день применения.

1 $см^3$ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г кобальта».

Пункт 2.3. По всему тексту заменить слова: «гидроокись» на «гидроксид», «гидроокиси» на «гидроксида»;

первый абзац. Заменить слова: «15 мл азотной кислоты 1:1» на «15 $см^3$ раствора азотной кислоты»; «15 $см^3$ серной кислоты 1:1» на «15 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1»; «в серной кислоте (1:10)» на «в растворе серной кислоты 1:10»; «серной кислотой 1:10» на «в растворе серной кислоты 1:10»; «в нескольких каплях раствора серной кислоты 1:10» на «в 5—8 каплях раствора серной кислоты 1:10»;

четвертый, пятый абзацы изложить в новой редакции: «Для определения кобальта в гидроксиде железа и в электролите осадок гидроксида железа растворяют в растворе серной кислоты 1:10, объединяют с раствором электролита, нейтрализуют раствором серной кислоты 1:10, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, отбирают аликвотную часть раствора 25 $см^3$, нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроксида железа, который растворяют в 3—5 каплях раствора серной кислоты 1:1, и дают одну каплю избытка, после чего приливают 5 $см^3$ раствора уксусно-кислого натрия, кипятят 2 мин, прибавляют 10 $см^3$ раствора нитрозо-Р-соли и кипятят 2 мин, приливают 5 $см^3$ раствора азотной кислоты и снова кипятят 2 мин. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают до метки водой и через 10 мин измеряют светопоглощение раствора при длине волны 520 нм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Массу кобальта в анализируемом растворе находят по градуировочному графику».

Пункты 2.4, 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отбирают 0; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025) $\cdot 10^{-3}$ г кобальта, разбавляют водой до 15 $см^3$, приливают три капли раствора железоаммонийных квасцов, нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроксида железа и далее проводят анализ в соответствии с п. 2.3. По полученным значениям светопоглощения и соответствующим массам кобальта строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего кобальт.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода, не должны превышать 0,20 %, а результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода, не должны превышать 0,25 %».

(ИУС № 2 1992 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 741.0—80 Кобальт. Общие требования к методам анализа . . 3
ГОСТ 741.1—80 Кобальт. Методы определения кобальта 5
ГОСТ 741.2—80 Кобальт. Методы определения серы 9
ГОСТ 741.3—80 Кобальт. Метод определения углерода 17
ГОСТ 741.4—80 Кобальт. Методы определения меди 23
ГОСТ 741.5—80 Кобальт. Метод определения никеля 29
ГОСТ 741.6—80 Кобальт. Метод определения железа 35
ГОСТ 741.7—80 Кобальт. Методы определения марганца 39
ГОСТ 741.8—80 Кобальт. Метод определения фосфора 45
ГОСТ 741.9—80 Кобальт. Метод определения мышьяка 49
ГОСТ 741.10—80 Кобальт. Метод определения кремния 53
ГОСТ 741.11—80 Кобальт. Метод определения алюминия 61
ГОСТ 741.12—80 Кобальт. Методы определения цинка 66
ГОСТ 741.13—80 Кобальт. Метод определения свинца 72
ГОСТ 741.14—80 Кобальт. Методы определения кадмия 77
ГОСТ 741.15—80 Кобальт. Метод определения магния 83
ГОСТ 741.16—80 Кобальт. Метод определения сурьмы 86
ГОСТ 741 17—80 Кобальт. Метод определения висмута 89
ГОСТ 741.18—80 Кобальт. Метод определения олова 92

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Е. И. Морозова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб 21.01 80 Подп. к печ. 04 04 80 6,0 п л 5,74 уч.-изд. л. Тир. 10 000 Цена 30 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6 Зак. 146