ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

ГОСТ 6689.9—92

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 5—92/634

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения кобальта

Nickel, nickel and copper-nickel alloys
Methods for the determination of cobalt

ГОСТ
6689.9—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения кобальта (при массовой доле от 0,02 до 1,5%) в никеле, никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

2.1. Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет соединения кобальта с нитрозо-Р-солью и измерении его оптической плотности.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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

Нитрозо-Р-соль, раствор 1 г/дм^3, хранят в сосуде из темного стекла.

Кобальт марки К0 по ГОСТ 123.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,5 г кобальта растворяют в 20 см^3 азотной кислоты (1 : 1), добавляют 20 см^3 серной кислоты (1 : 1) и упаривают до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Оста-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

ток охлаждают, растворяют в небольшом количестве воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

Раствор А можно готовить из сернокислого кобальта: 2,385 г $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г кобальта.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г кобальта.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для сплавов, содержащих свыше 0,1% хрома и кремния*

Навеску сплава 0,5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 1—2 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и растворяют при нагревании. После охлаждения добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и раствор упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки 30—40 см³ воды и растворяют при нагревании. При массовой доле кобальта в сплаве менее 0,1 % используют весь раствор, а при массовой доле кобальта свыше 0,1% раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Аликвотную часть раствора (см. табл. 1) или весь раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 50 см³, добавляют 10 см³ раствора уксуснокислого натрия, 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли и нагревают до кипения.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,02 до 0,1 включ.	Весь раствор
Св 0,1 » 0,2 »	50
» 0,2 » 0,4 »	20
» 0,4 » 1,2 »	10
» 1,2 » 1,5 »	5

В кипящий раствор осторожно приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты и кипятят 2 мин. После охлаждения раствор доливают водой до метки и измеряют его оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda_{эф} \sim 490$ нм) или на спектрофотометре при 500 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения используют такой же раствор, но без добавления нитрозо-Р-соли.

Из полученного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности раствора

контрольного опыта, измеренного относительно воды, а по найденной разнице оптических плотностей находят содержание кобальта.

2.3.2. *Для сплавов с массовой долей кремния менее 0,1%*

Навеску сплава 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой и при массовой доле кобальта в сплаве менее 0,1 % для анализа используют весь раствор, а при массовой доле кобальта свыше 0,1 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 см³ стандартного раствора Б кобальта, по 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий кобальта.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,02 до 0,05 включ.	0,004	0,006
Св. 0,05 » 0,10 »	0,006	0,008
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,01
» 0,25 » 0,50 »	0,02	0,03
» 0,50 » 1,0 »	0,04	0,06
» 1,0 » 1,5 »	0,06	0,08

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами кобальта, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для кобальта.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1 и 1 : 100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кобальт по ГОСТ 123.

Стандартный раствор кобальта: 0,1 г кобальта растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г кобальта.

Медь по ГОСТ 859.

Раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см^3 азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора содержит 0,1 г меди.

Никель по ГОСТ 849.

Раствор никеля: 10 г никеля растворяют при нагревании в 80 см^3 азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора содержит 0,1 г никеля.

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г берут для определения массовых долей кобальта 0,02—0,1% и массой 0,1 г для определения массовых долей кобальта 0,1—1,5%.

3.3.1. *Для сплавов, не содержащих кремния, хрома и вольфрама*

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию кобальта в пламени ацетилен-воздух при длине волны 240,7 нм параллельно с градуировочными растворами.

3.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний и хром*

Навеску сплава помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию кобальта, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Для сплавов, содержащих вольфрам*

Навеску сплава растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1), затем добавляют 30 см³ горячей воды, выпавший осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на плотный фильтр и промывают горячей азотной кислотой (1 : 100). Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию кобальта, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 4,0; 7,0; 10,0; 12,0 и 15,0 см³ стандартного раствора кобальта, что соответствует 0,1; 0,4; 0,7; 1,0; 1,2 и 1,5 мг кобальта. При массовой доле кобальта менее 0,1 % добавляют во все колбы по 10 см³ раствора меди (если медь является основой сплава) или никеля (если никель является основой сплава) и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию кобальта, как указано в п. 3.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация кобальта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

3 4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Богданова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6689.9—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.4.3, 3.4.3
ГОСТ 123—78	2.2, 3.2
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 849—70	2.2
ГОСТ 859—78	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4462—78	2.2
ГОСТ 6689.1—92	Разд. 1
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2.4.3, 3.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. И. Морозова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 30.06.92. Подп. в печ. 24.07.92. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,42. Тир. 713 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1317