УДК 669.018.25—131.8 : 546.73.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ

Метод определения кобальта

Sintered hardmetals Method for the determination of cobalt

ГОСТ 25599.4—83

(СТ СЭВ 2951—81)

ОКП 19 6100

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 января 1983 г. № 291 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения кобальта при массовой доле его от 1 до 60% в твердых спеченных сплавах, твердосплавных карбидных смесях.

Метод основан на окислении кобальта до трехвалентного состояния железосинеродистым калием в аммиачной среде. Избыток железосинеродистого калия оттитровывают потенциометрически раствором сернокислого кобальта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14339.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для проведения потенциометрического титрования.

Электрод платиновый индикаторный.

Проволока вольфрамовая — электрод сравнения.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см^3.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, 25%-ный раствор.

Аммоний лимоннокислый по ГОСТ 3653—78, 30%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,4 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, плотностью 1,12 г/см^3.

Бумага индикаторная по ГОСТ 5552—74.

Кобальт сернокислый или металлический.

Раствор сернокислого кобальта стандартный 0,002 г/см^3 готовят двумя способами:

а) 10 г сернокислого кобальта растворяют в воде, приливают

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Август 1984 г

gost.e-ecolog.ru

10 см³ серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Концентрацию раствора устанавливают электролитическим методом;

б) 2,0 г металлического кобальта растворяют в 10 см³ азотной кислоты, упаривают до влажных солей, приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до паров серного ангидрида. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206—75, раствор 0,03 г·экв/дм³.

11 г железосинеродистого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Для установления соотношения объемов (концентраций) растворов сернокислого кобальта и железосинеродистого калия в стакан вместимостью 400 см³ приливают 10 см³ раствора лимоннокислого аммония, 100—200 см³ воды, 80 см³ аммиака, 20 см³ раствора сернокислого аммония и от 15 до 20 см³ раствора железосинеродистого калия.

Подготовленный раствор титруют потенциометрически раствором сернокислого кобальта.

Соотношение объемов (концентраций) растворов (K) вычисляют по формуле

$$K=\frac{V_2}{V_1},$$

где V_2 — объем раствора железосинеродистого калия, взятый для установления соотношения, см³;

V_1 — объем раствора сернокислого кобальта, израсходованный на титрование железосинеродистого калия, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В зависимости от ожидаемого содержания кобальта берут навеску массой в соответствии с табл. 1, растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты и 5 г сернокислого аммония в жаростойком стакане, покрытом часовым стеклом, или навеску пробы, смоченную водой, растворяют в смеси 15 см³ фтористоводородной и 5 см³ азотной кислот в платиновой чашке.

После растворения навески приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до паров серного ангидрида. Охлажденный раствор переливают в стакан.

Добавляют небольшими порциями 10 см³ раствора лимоннокислого аммония, 20 см³ раствора сернокислого аммония и 150 см³ воды. Раствор пробы осторожно нейтрализуют аммиаком до слабокислой реакции по бумаге конго, добавляют 80 см³ аммиака, после чего анализируемый раствор охлаждают.

К анализируемому раствору из бюретки приливают раствор железосинеродистого калия в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Масса навески пробы, г	Объем раствора железосинеродистого калия, см³
От 1 до 5	0,5	15
Св. 5 » 10	0,2	15
» 10 » 30	0,1	20
» 30 » 50	0,1	30
» 50 » 60	0,1	35

Подготовленный анализируемый раствор титруют потенциометрически раствором сернокислого кобальта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V_3K - V_4) \cdot C}{m} \cdot 100,$$

где V_3 — объем раствора железосинеродистого калия, добавляемый к анализируемому раствору, см³.

V_4 — объем раствора сернокислого кобальта, израсходованный на обратное титрование избытка раствора железосинеродистого калия, см³;

K — соотношение объемов (концентраций) растворов сернокислого кобальта и железосинеродистого калия;

C — концентрация кобальта в стандартном растворе сернокислого кобальта, г/см³;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	Допускаемые расхождения, %
От 1,0 до 2,5	0,05
Св. 2,5 » 5	0,1
» 5 » 10	0,15
» 10 » 30	0,2
» 30 » 40	0,25
» 40 » 50	0,3
» 50 » 60	0,35

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 25599.1—83 (СТ СЭВ 2948—81)	Сплавы твердые спеченные. Методы определения общего углерода	1
ГОСТ 25599.2—83 (СТ СЭВ 2949—81)	Сплавы твердые спеченные. Методы определения свободного углерода	7
ГОСТ 25599.3—83 (СТ СЭВ 2950—81)	Сплавы твердые спеченные. Методы определения титана	10
ГОСТ 25599.4—83 (СТ СЭВ 2951—81)	Сплавы твердые спеченные. Метод определения кобальта	15

Редактор *В. С. Бабкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 29.01.85 Подп. в печ. 23.04.85 1,25 п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,14 уч.-изд. л. Тираж 10.000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 1119

Изменение № 1 ГОСТ 25599.4—83 Сплавы твердые спеченные. Метод определения кобальта

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.88 № 1184

Дата введения 01.01.89

Раздел 2 дополнить абзацами: «Весы аналитические типа ВЛР-200 или любого другого типа, обеспечивающие погрешность взвешивания не более ±0,0002 г.

Мешалка магнитная ММ-5»;

исключить ссылку на ГОСТ 5552—74; заменить слова: «10 см³ раствора лимоннокислого аммония, 100—200 см³ воды, 80 см³ аммиака, 20 см³ раствора сернокислого аммония и от 15—20 см³ раствора железосинеродистого калия» на «20 см³ раствора аммония сернокислого, 10 см³ раствора лимоннокислого аммония, 100—200 см³ воды, 80 см³ аммиака и от 10 до 20 см³ раствора железосинеродистого калия»;

формулу изложить в новой редакции:

$$K = \frac{V_1}{V_2} .$$

Раздел 3. Первый абзац. Заменить значение: 15 см³ на 15—20 см³;

второй абзац. Заменить слова: «10 см³ серной кислоты» на «5 см³ раствора серной кислоты»; после слова «стакан» дополнить словами: «промывая чашку 2—3 раза подаммиачной водой»;

третий, пятый абзацы изложить в новой редакции: «Добавляют небольшими порциями 20 см³ раствора аммония сернокислого, 10 см³ раствора аммония лимоннокислого и 150 см³ воды. Раствор пробы осторожно нейтрализуют раствором аммиака до слабокислой реакции по индикаторной бумажке «конго», добавляют 80 см³ раствора аммиака, после чего анализируемый раствор охлаждают.

В полученный раствор опускают магнитную мешалку и электроды и оттитровывают избыток железосинеродистого калия раствором сернокислого кобальта до резкого скачка потенциала».

gost.e-ecolog.ru