Группа В64

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й  С Т А Н Д А Р Т**

# БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

## Методы определения кобальта

**ГОСТ 15027.15—83**

Non-tin bronze.
Methods for the determination of cobalt

ОКСТУ 1709

**Дата введения 01.07.83**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения кобальта (при массовой доле кобальта от 0,01 % до 0,6 %) в безоловянных бронзах.

Стандарт полностью соответствует стандарту СЭВ 1537—79.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

**2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании кобальтом с нитрозо-Р-солью окрашенного комплексного соединения и измерении оптической плотности полученного раствора.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Электролизная установка с сетчатыми платиновыми электродами по ГОСТ 6563.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Смесь кислот: 30 $см^3$ серной кислоты вливают постепенно в 75 $см^3$ воды, раствор охлаждают и добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 $г/дм^3$; хранят в темном сосуде.

Кобальт по ГОСТ 123 с массовой долей кобальта не менее 99,9 %.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,1 г кобальта растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты и окислы азота удаляют кипячением. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 25 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00001 г кобальта.

Нитрозо-Р-соль по ТУ 6—09—07—1582, раствор 4 $г/дм^3$ (хранить в сосуде из темного стекла).

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**2.3. Проведение анализа**

2.3.1. Навеску сплава массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан, вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 30 $см^3$ смеси кислот сначала без нагревания, а затем при нагревании. После растворения пробы окислы азота удаляют кипячением.

**Издание официальное** ★ **Перепечатка воспрещена**



gost.e-ecolog.ru

Таблица 1

| Массовая доля кобальта, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части раствора, см³ |
|---|---|---|
| От 0,01 до 0,10 | 2,5 | 10 |
| Св. 0,1 » 0,4 | 0,5 | 10 |
| » 0,4 » 0,6 | 0,6 | 5 |

Раствор разбавляют водой до объема 150 см³ и выделяют медь электролизом по ГОСТ 15027.1. Электролит переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки и перемешивают.

В случае необходимости раствор фильтруют.

В зависимости от массовой доли кобальта в бронзе отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 1. Аликвотную часть раствора помещают в два стакана вместимостью по 100 см³. В первый стакан добавляют 10 см³ раствора уксуснокислого натрия, 5 см³ раствора нитрозо-Р-соли и кипятят 1—2 мин, затем добавляют 10 см³ азотной кислоты (1:1) и снова кипятят 1—2 мин.

Во второй стакан добавляют 10 см³ азотной кислоты (1:1), кипятят 1—2 мин, затем добавляют 5 см³ раствора нитрозо-Р-соли, 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и снова кипятят.

Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью по 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 520 нм в кювете 1 см или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при $\lambda_{эф}$ = 490 нм.

Раствором сравнения служит раствор из второй колбы.

Содержание кобальта вычисляют по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи стаканов вместимостью по 100 см³ вводят 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б кобальта. Во все стаканы добавляют по 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и 5 см³ раствора нитрозо-Р-соли. Растворы кипятят 1—2 мин. Добавляют по 10 см³ азотной кислоты (1:1) и опять кипятят 1—2 мин. Растворы охлаждают и переводят в мерные колбы вместимостью по 50 см³, доливают до метки водой, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность, как указано в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий кобальта. По полученным значениям строят градуировочный график.

**2.4. Обработка результатов**

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

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

где $m$ — масса кобальта, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$ — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ($d$ — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ($D$ — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2

Таблица 2

| Массовая доля кобальта, % | $d$, % | $D$, % | Массовая доля кобальта, % | $d$, % | $D$, % |
|---|---|---|---|---|---|
| От 0,01 до 0,025 включ. | 0,002 | 0,005 | Св. 0,10 до 0,25 | 0,010 | 0,02 |
| Св. 0,025 » 0,050 | 0,003 | 0,007 | » 0,25 » 0,50 | 0,015 | 0,04 |
| » 0,05 » 0,10 | 0,005 | 0,01 | » 0,50 » 0,60 | 0,020 | 0,05 |

2.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят сопоставлением результатов, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

## 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

**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 2 моль/дм$^3$ раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 2 моль/дм$^3$ раствор.

Кобальт по ГОСТ 123 с массовой долей кобальта не менее 99,9 %.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,5 г кобальта растворяют при нагревании в 10 см$^3$ азотной кислоты (1:1), раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ и доливают водой до метки.

1 см$^3$ раствора А содержит 0,0005 г кобальта.

Раствор Б: 20 см$^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, добавляют 10 см$^3$ 2 моль/дм$^3$ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

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

**3.3. Проведение анализа**

3.3.1. Навеску сплава массой, указанной в табл. 3, помещают в стакан вместимостью 250 см$^3$ и растворяют при нагревании в 10 см$^3$ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в соответствующую мерную колбу (табл. 3) и доливают водой до метки.

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

Таблица 3

| Массовая доля кобальта, % | Масса навески, г | Объем конечного раствора пробы, см$^3$ |
|---|---|---|
| От 0,01 до 0,20 | 1 | 100 |
| Св. 0,20 » 0,6 | 0,5 | 250 |

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см$^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 и 7,5 см$^3$ стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см$^3$ стандартного раствора А кобальта.

Во все колбы добавляют по 10 см$^3$ 2 моль/дм$^3$ раствора азотной кислоты 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/см$^3$;

$V$ — объем конечного раствора пробы, см$^3$;

$m$ — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений ($d$ — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ($D$ — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 2

3.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят сопоставлением результатов полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим методами в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета по стандартам от 23.02.83 № 911**

**3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1537—79**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 199—78 | 2.2 | ГОСТ 6563—75 | 2.2 |
| ГОСТ 123—98 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 15027.1—77 | 1.1, 2.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 3.2 | ГОСТ 25086—87 | 1.1, 2.4.4, 3.4.4 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.2 | ТУ 6—09—07—1582—87 | 2.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2, 3.2 | | |

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

**7. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в марте 1988 г. (ИУС 6—88)**



gost.e-ecolog.ru