УДК 669.26.546.73.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения кобальта

Metallic chrome.
Method for determination of cobalt

ГОСТ 13020.16—85

(СТ СЭВ 4514—84)

Взамен
ГОСТ 13020.16—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1414 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кобальта в металлическом хроме (при массовой доле кобальта от 0,002 до 0,006 %).

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения кобальта с нитрозо-R-солью на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 510 до 560 нм. Кобальт предварительно отделяют от хрома осаждением его на гидроокиси железа гидратом окиси натрия после окисления хрома до шестивалентного.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4514—84.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78 или по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:4.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78 или по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, 42 или 57 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 24147—80 или по ГОСТ 3760—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 1 и 25 %-ные растворы Хранят в посуде из полиэтилена.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 50 %-ный раствор

Нитрозо-R-соль по ГОСТ 10553—75, 0,1 %-ный раствор. Раствор устойчив в течение 7 сут.

Железо (III) сернокислое 9-водное по ГОСТ 9485—74, раствор: 50 г реагента растворяют при слабом нагревании в 50 $см^3$ воды, содержащей 5 $см^3$ серной кислоты; раствор фильтруют и разбавляют водой до 1 $дм^3$, после чего перемешивают.

Кобальт металлический.

Стандартные растворы кобальта:

раствор А: 0,1000 г кобальта растворяют в 30 $см^3$ разбавленной азотной кислоты, кипятят раствор до удаления окислов азота, затем приливают 10 $см^3$ серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают. Соли растворяют в воде, после чего раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация кобальта в растворе А равна 0,0001 $г/см^3$;

раствор Б: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация кобальта в растворе Б равна 0,00001 $г/см^3$.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и растворяют, нагревая, в 30 $см^3$ серной кислоты (1:4). Раствор окисляют 2 $см^3$ азотной кислоты, приливают 30 $см^3$ хлорной кислоты и 2 $см^3$ раствора сернокислого железа. Раствор выпаривают до появления паров хлорной кислоты и окисления хрома. Соли растворяют в 150 $см^3$ воды и 25%-ным раствором гидроокиси натрия осаждают гидроокиси металлов. Раствор нагревают до кипения, оставляют на 15—20 мин в теплом месте для коагуляции осадка, после фильтруют раствор через быстрофильтрующий фильтр. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячим 1 %-ным раствором гидроокиси натрия, растворяют 10—15 $см^3$ серной кислоты (1:4) и промывают фильтр несколько раз горячей водой, собирая раствор и промывные воды в стакан, где велось осаждение. Затем приливают 10 $см^3$ хлорной кислоты, выпаривают раствор до выделения паров хлорной кислоты и окисления воз-

можно оставшегося хрома. Раствор охлаждают. Соли растворяют в 150 см³ воды и вновь повторяют осаждение гидроокисей металлов 25 %-ным раствором гидроокиси натрия. Промытый осадок растворяют в 10—15 см³ серной кислоты (1:4), промывают фильтр несколько раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан, где велось осаждение гидроокисей металлов. Раствор выпаривают до 10—15 см³ и фильтруют в стакан вместимостью 100 см³. Фильтр промывают 2—3 раза горячей водой и отбрасывают. К раствору по каплям прибавляют аммиак до начала выпадения гидроокисей металлов, которые растворяют в возможно меньшем количестве серной кислоты (1:1). Затем приливают 5 см³ уксуснокислого натрия, 10 см³ раствора нитрозо-R-соли и 5 см³ разбавленной азотной кислоты. После добавления каждого реактива раствор кипятят 1—2 мин. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 510 до 560 нм. В качестве раствора сравнения используют вторую аликвотную часть пробы. Для этого к аликвоте приливают 10 см³ разбавленной азотной кислоты, 10 см³ нитрозо-R-соли, 5 см³ уксуснокислого натрия. После добавления каждого реактива раствор кипятят 1—2 мин. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массу кобальта находят по градуировочному графику или методом сравнения по стандартным образцам металлического хрома, близким по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенным через все стадии анализа.

3.2. Построение градуировочного графика

В шесть из семи стаканов вместимостью по 400 см³ вводят 0,5 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025 и 0,00003 г кобальта. В каждый стакан приливают по 2 см³ раствора сернокислого железа, 20 см³ серной кислоты (1:4), 2 см³ азотной кислоты, 30 см³ хлорной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1. Раствор седьмого стакана, не содержащий стандартного раствора Б, служит раствором сравнения.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующему им содержанию кобальта строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю кобальта (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески, г.

4.2. Массовую долю кобальта (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{C(D-D_2)}{D_1-D_2},$$

где C — массовая доля кобальта в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца.

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля кобальта, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,004 включ.	0,0015
Св. 0,004 » 0,006 »	0,003

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13020.1—85 (СТ СЭВ 4504—84)	Хром металлический. Метод определения хрома	3
ГОСТ 13020.2—85	Хром металлический. Методы определения углерода	6
ГОСТ 13020.3—85	Хром металлический. Методы определения серы	10
ГОСТ 13020.4—85 (СТ СЭВ 4506—84)	Хром металлический. Методы определения фосфора	19
ГОСТ 13020.5—85 (СТ СЭВ 4505—84)	Хром металлический. Методы определения кремния	26
ГОСТ 13020.6—85 (СТ СЭВ 4513—84)	Хром металлический. Методы определения общего алюминия	31
ГОСТ 13020.7—85 (СТ СЭВ 4508—84)	Хром металлический. Методы определения азота	39
ГОСТ 13020.8—85 (СТ СЭВ 4507—84)	Хром металлический. Методы определения железа	46
ГОСТ 13020.11—85 (СТ СЭВ 4512—84)	Хром металлический. Методы определения цинка свинца и висмута	52
ГОСТ 13020.12—85 (СТ СЭВ 4511—84)	Хром металлический. Метод определения мышьяка	60
ГОСТ 13020.13—85 (СТ СЭВ 4510—84)	Хром металлический. Метод определения сурьмы	65
ГОСТ 13020.14—85 (СТ СЭВ 4509—84)	Хром металлический. Методы определения меди	69
ГОСТ 13020.15—85	Хром металлический. Методы определения олова	75
ГОСТ 13020.16—85 (СТ СЭВ 4514—84)	Хром металлический. Метод определения кобальта	83

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *О. Я. Чернецова*

Сдано в наб. 31.05.85 Подп. в печ. 13.11.85 5,5 п. л. 5,63 усл. кр.-отт. 5,05 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 25 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1694

gost.e-ecolog.ru