

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ
Метод определения кобальта

Metallie 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 гидроксид 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

★



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 гидроксид 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 см³ воды, содержащей 5 см³ серной кислоты; раствор фильтруют и разбавляют водой до 1 дм³, после чего перемешивают.

Кобальт металлический.

Стандартные растворы кобальта:

раствор А: 0,1000 г кобальта растворяют в 30 см³ разбавленной азотной кислоты, кипятят раствор до удаления окислов азота, затем приливают 10 см³ 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 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация кобальта в растворе А равна 0,0001 г/см³;

раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация кобальта в растворе Б равна 0,00001 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют, нагревая, в 30 см³ серной кислоты (1:4). Раствор окисляют 2 см³ азотной кислоты, приливают 30 см³ хлорной кислоты и 2 см³ раствора сернокислого железа. Раствор выпаривают до появления паров хлорной кислоты и окисления хрома. Соли растворяют в 150 см³ воды и 25%-ным раствором гидроксида натрия осаждают гидроксиды металлов. Раствор нагревают до кипения, оставляют на 15—20 мин в теплом месте для коагуляции осадка, после фильтруют раствор через быстروفилтрующий фильтр. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячим 1 %-ным раствором гидроксида натрия, растворяют 10—15 см³ серной кислоты (1:4) и промывают фильтр несколько раз горячей водой, собирая раствор и промывные воды в стакан, где велось осаждение. Затем приливают 10 см³ 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