

15027.15-83

Изм. I изм.
1979 г.



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

ГОСТ 15027.15-83
(СТ СЭВ 1537-79)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва



РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР
ИСПОЛНИТЕЛИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, А. А. Немодрук

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии А. П. Снурников

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 февраля 1983 г.
№ 911

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ**Методы определения кобальта**Non-tin bronze. Methods for the
determination of cobalt**ГОСТ
15027.15—83****(СТ СЭВ 1537—79)**

ОКСТУ 1709

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 февраля
1983 г. № 911 срок действия установлен**с 01.07.83до 01.01.89**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

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 методу анализа — по ГОСТ 25086—81.

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—75.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Смесь кислот: 30 см³ серной кислоты вливают постепенно в 75 см³ воды, раствор охлаждают и добавляют 20 см³ азотной кислоты.



Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/дм³; хранят в темном сосуде.

Кобальт по ГОСТ 123—78 с массовой долей кобальта не менее 99,9%.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,1 г кобальта растворяют в 10 см³ азотной кислоты и окислы азота удаляют кипячением. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г кобальта.

Раствор Б: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г кобальта.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 30 см³ смеси кислот сначала без нагревания, а затем при нагревании. После растворения пробы окислы азота удаляют кипячением.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см ³
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—77. 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 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 $\lambda_{\text{эф}}=490$ 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 допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Массовая доля кобальта, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,025	0,002	Св. 0,10 до 0,25	0,010
Св. 0,025 „ 0,050	0,003	„ 0,25 „ 0,50	0,015
„ 0,05 „ 0,10	0,005	„ 0,50 „ 0,60	0,020

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—77, разбавленная 1:1 и 2 М раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 2 М раствор.

Кобальт по ГОСТ 123—78 с массовой долей кобальта не менее 99,9%.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,5 г кобальта растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1), раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г кобальта.

Раствор Б: 20 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 М раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

1 см³ 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 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в соответствующую мерную колбу (табл. 3) и доливают водой до метки.

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

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

3.3.2. Построение градуировочного графика

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 и 7,5 см³ стандартного раствора Б и 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора А кобальта.

Во все колбы добавляют по 10 см³ 2 М 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/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 21.04.83 Подп. в печ. 27.05.83 0,5 п. л. 0,29 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 462