

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ**Метод определения кобальта**

Bronze fire-resistance. Method for the determination of cobalt

ГОСТ**23859.9—79**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кобальта (при массовой доле кобальта от 1 до 2%).

Метод основан на взаимодействии кобальта (II) с нитрозо-Р-солью, в процессе которого кобальт (II) окисляется до кобальта (III) с образованием окрашенного в красный цвет комплекса, отличающегося высокой прочностью. Оптическую плотность раствора комплекса измеряют при 500 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23859.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/л.

Нитрозо-Р-соль по ГОСТ 10553—75, раствор 10 г/л хранят в сосуде из темного стекла.

Кобальт серноокислый по ГОСТ 4462—78.

Кобальт марки КО по ГОСТ 123—78.

Стандартные растворы кобальта.



Раствор А. 0,5 г кобальта растворяют в 20 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, добавляют 20 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Охлаждают, остаток растворяют в небольшом количестве воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 л и доливают до метки водой.

Раствор А можно готовить также из сернокислого кобальта. Для этого 2,385 г $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ растворяют в воде и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 л и разбавляют водой до метки. 1 мл раствора А содержит 0,0005 г кобальта.

Раствор Б. 10 мл раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают до метки водой. 1 мл раствора Б содержит 0,00005 г кобальта.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, прибавляют 15 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, 2—3 мл фтористоводородной кислоты и нагревают до растворения навески. После растворения чашку охлаждают, добавляют 10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 30—40 мл воды и нагревают до полного растворения солей. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, стенки чашки споласкивают водой, раствор доливают водой до метки и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 5 мл полученного раствора, прибавляют 10 мл раствора уксуснокислого натрия, 10 мл раствора нитрозо-Р-соли и нагревают до кипения. В кипящий раствор осторожно приливают 5 мл концентрированной азотной кислоты и кипятят 2 мин. Охлажденный раствор доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см на спектрофотометре при 500 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda_{\text{эфф}} = 540$ нм).

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий все реактивы в тех же количествах и приготовленный точно также. В полученный результат вводят поправку на поглощение такой же аликвотной части анализируемого раствора, обработанный точно также, но без введения нитрозо-Р-соли.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 мл помещают 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 12,0 мл раствора Б кобальта, добавляют 10 мл раствора уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий кобальта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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 сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения (Y) результатов анализа в процентах не должны превышать значений, рассчитанных по формуле

$$Y = 0,02 + 0,03X,$$

где X — массовая доля кобальта в сплаве, %.

Изменение № 1 ГОСТ 23859.9—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения кобальта

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.85 № 1802 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: л на дм^3 , мл на см^3 .

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «в жаропрочных медных сплавах по ГОСТ 24758—81».

Пункты 1.1, 4.2 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—81. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа не должны превышать 0,06 %».

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23859.9—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения кобальта

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 724

Дата введения 01.10.90

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: 1 на 0,1.

Исключить ссылку: ГОСТ 24758—81.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Раздел 2 дополнить абзацами:

«Электролизная установка с источником питания постоянного тока.

Платиновые электроды по ГОСТ 6563—75»;

исключить ссылку: ГОСТ 10553—75.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, стенки чашки ополаскивают водой до метки и перемешивают» на «Раствор переносят в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты (1:1), воды до 150 см³ и выделяют медь электролизом по ГОСТ 23859.1—79. Раствор после электролиза упаривают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают»;

второй абзац. Заменить слова: «5 см³ полученного раствора» на «аликвотную часть раствора — 10 см³ (при массовой доле кобальта от 0,1 до 1 %) или 5 см³ (при массовой доле кобальта от 1 до 2 %)».

Пункт 3.2. Заменить слово: «семь» на «восемь»; после значения 0 дополнить значением: 1,0.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,02+0,03X,$$

где X — массовая доля кобальта в сплаве, %».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3, 4.4:

«4.3. 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, вычисленных по формуле

$$D=0,03+0,04X,$$

где X — массовая доля кобальта в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 7 1990 г.)