

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ

ГОСТ

Метод определения кобальта

23862.25—79

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of cobalt

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения кобальта (от $2 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}\%$) в редкоземельных металлах и их оксидах.

Метод основан на экстракционном концентрировании примеси кобальта смесью триоктиламина, диоксана и четыреххлористого углерода и последующем фотометрическом определении кобальта по реакции с нитрозо-Р-солью.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Плитка электрическая.

Стаканы химические вместимостью 50 и 100 мл.

Воронки делительные вместимостью 50 мл.

Стекла часовые.

Цилиндры для колориметрирования из бесцветного стекла с притертыми пробками, диаметр 8 мм, высота 200 мм.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, концентрированная, разбавленная 1:1 и 0,01 н. раствор.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, 1 н. и 8 н. растворы.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, ос. ч.

Вода деионизованная.

Аммоний роданистый, ч. д. а.

Кислота аскорбиновая.

Триоктиламин, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., 0,001 н. раствор.

Кобальт серноокислый по ГОСТ 4462—78.

Диоксан по ГОСТ 10455—75, ч. д. а.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Раствор триоктиламина в четыреххлористом углероде 1:5, выдерживают не менее 4 сут.

Экстрагент: смешивают две части выдержанного 4 сут раствора триоктиламина в четыреххлористом углероде и одну часть диоксана; выдерживают перед употреблением 6 ч.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, х. ч., 10% -ный раствор.

Нитрозо-Р-соль по ГОСТ 10553—75, ч., 0,2% -ный раствор.

Стандартный раствор кобальта (запасной), содержащий 0,1 мг/мл кобальта: 0,0475 г сернокислого кобальта растворяют в 0,001 н. серной кислоте и доводят объем раствора в мерной колбе вместимостью 100 мл до метки 0,001 н. серной кислотой.

Раствор кобальта (рабочий), содержащий 1 мкг/мл кобальта, готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора кобальта 0,01 н. азотной кислотой в 100 раз.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы (кроме двуокиси церия) массой 1—5 г, в зависимости от содержания кобальта, помещают в стакан вместимостью 100 мл, смачивают несколькими каплями воды, приливают 30 мл 8 н. соляной кислоты и растворяют при нагревании. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 мл и дважды экстрагируют кобальт порциями экстрагента по 3 мл, энергично встряхивая в течение 2 мин.

После расслаивания органическую фазу переводят в чистую сухую делительную воронку вместимостью 50 мл.

Объединенную органическую фазу энергично встряхивают с 10 мл 10% -ного раствора уксуснокислого натрия в течение 1 мин. После расслаивания органическую фазу собирают и регенерируют по п. 3.5, а в водной фазе определяют кобальт по п. 3.3.

3.2. Навеску двуокиси церия 1—5 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, смачивают несколькими каплями воды, приливают 5—10 мл концентрированной азотной кислоты, 10—20 мл пергидроля, перемешивают, закрывают стакан часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей и добавляют несколько капель пергидроля. Остаток растворя-

ют в ~ 30 мл воды (рН раствора $\sim 1-1,5$ контроль проводят по универсальной индикаторной бумаге), добавляют 0,5 г роданистого аммония, перемешивают до полного растворения осадка. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью ~ 50 мл, приливают 4 мл экстрагента и энергично встряхивают в течение 2 мин. После расслаивания органическую фазу переводят в чистую сухую делительную воронку вместимостью 50 мл, приливают 20 мл воды, вводят на кончике шпателя 20—30 мг аскорбиновой кислоты и энергично встряхивают несколько секунд. При этом должно исчезнуть красное окрашивание органической фазы.

Реэкстракцию кобальта проводят встряхиванием органического слоя со смесью 10 мл 10%-ного раствора уксуснокислого натрия и 2 мл 0,2%-ного раствора нитрозо-Р-соли в течение 1 мин.

3.3. Реэкстракт промывают 1 мл четыреххлористого углерода, переводят в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 3 мл 1 н. соляной кислоты (до рН 5,5), 2 мл 0,2%-ного раствора нитрозо-Р-соли и кипятят раствор в течение 1 мин. Далее добавляют 3 мл пергидроля, 2 мл 8 н. соляной кислоты и упаривают при кипячении до объема ~ 5 мл.

Раствор переводят в цилиндр для колориметрирования с притертой пробкой и интенсивность окраски сравнивают на белом фоне с интенсивностью окраски растворов шкалы сравнения, наблюдая окраску сверху вниз. Одновременно с анализом проб проводят контрольный опыт на реактивы через все стадии анализа и вводят поправку.

Количество кобальта в контрольном опыте не должно превышать 0,05 мкг.

3.4. Приготовление шкалы сравнения

В стаканы вместимостью 50 мл вводят по 3 мл 10%-ного раствора уксуснокислого натрия, 1 мл 1 н. соляной кислоты, 1 мл 0,2%-ного раствора нитрозо-Р-соли и 5 мл воды, приливают 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 и 1,0 мл раствора кобальта, (содержащего 1 мкг/мл кобальта), перемешивают и кипятят в течение 1 мин. Далее добавляют 3 мл пергидроля, 2 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают при кипячении до объема ~ 5 мл.

Раствор переводят в цилиндр для колориметрирования с притертой пробкой.

3.5. Регенерирование экстрагента

30—50 мл использованного экстрагента помещают в делительную воронку вместимостью 200 мл и дважды промывают 100 мл 0,1 н. соляной кислоты в течение 2 мин, водную фазу отбрасывают. Органический слой промывают 100 мл воды в течение 2 мин. Регенерированную органическую фазу смешивают с диоксаном в соотношении 2:1 и выдерживают перед употреблением в течение 6 ч.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса кобальта в образце, найденная по шкале сравнения, мкг;

m_2 — масса кобальта в контрольном опыте, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля кобальта, %	Допускаемые расхождения, %
$2 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-5}$