



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КОБАЛЬТ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА
ГОСТ 741.6—91, ГОСТ 741.13—91

Издание официальное

28 р. 25 к. БЗ 7—91/813

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

КОБАЛЬТ

Методы определения железа

Cobalt.
Iron determination methods**ГОСТ**
741.6—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа при массовой доле от 0,0005 до 0,8 % и атомно-абсорбционный метод при массовой доле от 0,01 до 0,8 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 741.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на измерении светопоглощения окрашенного комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой при длине волны 415 нм после предварительного выделения экстракцией изоамиловым эфиром уксусной кислоты из солянокислого раствора с последующей резэкстракцией.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Термостат или сушильный шкаф, позволяющий получать температуру нагрева 120 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, очищенная, растворы 3:2, 1:1 и 9М раствор: 200 см³ соляной кислоты помещают в делительную воронку вместимостью 500 см³, добавляют 25 см³ изоамилацетата и встряхивают в течение 2 мин. После расслоения жидкости органический слой отбрасывают и повторяют экстрак-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

цию с 10—15 см³ изоамилацетата. После расслоения жидкости органический слой отбрасывают. Очищенная кислота используется для работы в течение двух суток.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, раствор 1:1 и 9 М раствор.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, перегнанный.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 7478, раствор 100 г/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300.

Изоамиловый эфир уксусной кислоты (изоамил-ацетат), перегнанный.

Вода бидистиллированная.

Порошок железный по ГОСТ 9849.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,5000 г порошка железного растворяют при нагревании в 20 см³ раствора азотной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $5 \cdot 10^{-4}$ г железа.

Раствор Б: 100 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г железа.

Раствор В: 10 см³ стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки 9 М раствором азотной кислоты.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г железа.

2.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой, указанной в табл. 1, растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты 1:1 и выпаривают до объема 5—7 см³. Затем приливают 15 см³ 9 М раствора соляной кислоты, нагревают для растворения солей.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Объем мерной колбы, см ³	Аликвотная часть раствора, см ³
От 0,0005 до 0,003 включ.	2,0000	—	Весь раствор
Св. 0,003 » 0,006 »	1,0000	—	То же
» 0,006 » 0,05 »	0,5000	—	»
» 0,05 » 0,2 »	1,0000	200	20
» 0,2 » 0,5 »	1,0000	200	10
» 0,5 » 0,8 »	0,5000	200	10

При массовой доле железа до 0,05 % весь раствор переводят в делительную воронку вместимостью 200 см³. Стакан обмывают 15 см³ раствора 9 М соляной кислоты и той же кислотой доводят объем раствора в делительной воронке до 40 см³.

При массовой доле железа свыше 0,05 % раствор переносят в мерную колбу, доливают до метки раствором 9 М соляной кислоты и отбирают аликвотную часть, приведенную в табл. 1.

После охлаждения в делительную воронку добавляют 25 см³ изоамилацетата и проводят экстракцию в течение 1 мин. Водный слой сливают во вторую делительную воронку и повторяют экстракцию 20 см³ изоамилацетата в течение 1 мин.

Органические экстракты объединяют, водный слой отбрасывают. Объединенный экстракт дважды промывают 9 М раствором соляной кислоты порциями по 15 см³ в течение 30 с.

При массовой доле железа свыше 0,01 % проводят реэкстракцию 50 см³ бидистиллированной воды в течение 30 с. Водный слой, содержащий железо, сливают в стакан.

К реэкстрактам в стаканах приливают 1—2 см³ серной кислоты, нагревают для удаления следов изоамилацетата, охлаждают, затем переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

При массовой доле железа до 0,01 % реэкстракцию повторяют дважды 15 см³ бидистиллированной воды и переводят реэкстракт в стакан.

К реэкстрактам в стаканах приливают 1—2 см³ серной кислоты, нагревают для удаления следов изоамилацетата, охлаждают, затем переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³.

К реэкстракту в мерной колбе приливают 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до появления желтого окрашивания, затем избыток 2 см³ доливают до метки водой. Через 10—15 мин измеряют светопоглощение раствора при длине волны 400 или 415 нм.

В качестве раствора сравнения используют бидистиллированную воду.

Массу железа в анализируемом растворе находят по градуировочному графику с поправкой на массу железа в растворе контрольного опыта.

2.4. Построение градуировочных графиков

2.4.1. *Построение градуировочного графика при массовой доле железа до 0,01 %*

В делительные воронки помещают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 5,00; 6,00 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,060 · 10⁻³ г железа, доливают до объема 40 см³ 9 М раствором соляной кислоты, приливают 25 см³ изоамилацетата и экстрагируют в течение 1 мин. Далее — в соответствии с п. 2.3.

В качестве раствора сравнения используют бидистиллированную воду.

По полученным значениям светопоглощения и соответствующим им массам железа строят градуировочный график с поправкой на величину светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего железа.

2.4.2. Построение градуировочного графика при массовой доле железа свыше 0,01 %

В делительные воронки помещают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 2,50; 3,00; 4,00 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,25; 0,30; 0,40 · 10⁻³ г железа, доливают до объема 40 см³ 9 М раствором соляной кислоты, приливают 25 см³ изоамилацетата и экстрагируют в течение 1 мин. Далее — в соответствии с п. 2.3.

Измеряют светопоглощение, как указано в п. 2.4.1.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю железа (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V_1 100}{m V},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — общий объем раствора, см³;

m — масса навески кобальта, г;

V — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d) и результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003	0,0005
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0006	0,0007
» 0,0020 » 0,0040 »	0,0008	0,0008
» 0,004 » 0,008 »	0,002	0,002
» 0,008 » 0,0150 »	0,002	0,002
» 0,015 » 0,030 »	0,004	0,004
» 0,030 » 0,060 »	0,009	0,009
» 0,060 » 0,120 »	0,018	0,018
» 0,12 » 0,25 »	0,03	0,03
» 0,25 » 0,50 »	0,04	0,04
» 0,50 » 0,80 »	0,05	0,05

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен-воздух при длине волны 248,4 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Источник излучения для железа.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, раствор 1 : 1.

Кобальт металлический марки К0 по ГОСТ 123; раствор азотнокислого кобальта: навеску кобальта массой 10,00 г растворяют в 100 см³ раствора азотной кислоты 1 : 1, выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 15—20 см³ воды и нагревают до растворения солей. Затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-1}$ г кобальта.

Порошок железный по ГОСТ 9849.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,5000 г порошка железного растворяют при нагревании в 20 см³ раствора азотной кислоты, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $5 \cdot 10^{-4}$ г железа.

Раствор Б: 20 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г железа.

3.3. Проведение анализа

Навеску кобальта массой, указанной в табл. 3, растворяют в 30 см³ раствора азотной кислоты. Раствор выпаривают до объема 5—10 см³, приливают 20 см³ дистиллированной воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой.

Для анализа используют весь раствор или аликвотную часть в зависимости от содержания железа (см. табл. 3).

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Объем мер- ной колбы, см ³	Аликвотная часть, см ³
От 0,01 до 0,1 включ.	1,0000	100	—
Св. 0,1 » 0,2 »	0,5000	100	—
» 0,2 » 0,4 »	1,0000	100	25
» 0,4 » 0,8 »	1,0000	100	10

Распыляют последовательно в пламя анализируемые растворы, градуировочные растворы, растворы контрольного опыта и измеряют величины атомной абсорбции железа при длине волны 248,4 нм.

Концентрацию железа в анализируемых растворах находят по градуировочному графику с поправкой на концентрацию железа в растворах контрольного опыта.

3.4. Построение градуировочного графика при массовой доле железа до 0,2 %

В мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают 5—10 см³ раствора азотнокислого кобальта, отбирают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00 см³ стандартного раствора Б и 1,50; 2,00; 2,50; 3,00 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,50; 1,0; 2,0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 · 10⁻⁶ г/см³ железа и доливают до метки водой.

Полученные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух в соответствии с п. 3.3

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им концентрациям строят градуировочный график с поправкой на величину атомной абсорбции градуировочного раствора, не содержащего железа.

3.5. Построение градуировочного графика при массовой доле железа свыше 0,2 %

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00 см³ стандартного раствора Б и 1,50; 2,00; 2,50; 3,00 см³ стандартного раствора, что соответствует 0; 0,50; 1,0; 2,0; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 · 10⁻³ г/см³ железа, доливают до метки водой и измеряют атомную абсорбцию железа в соответствии с п. 3.3.

3.6. Обработка результатов анализа

3.6.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация железа в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески кобальта, г.

3.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода (d) и результатов двух анализов, характеризующих воспроизводимость метода (D), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР РАЗРАБОТЧИКИ

В. Л. Хитев, А. М. Мотенко, Л. В. Кирьянова, С. К. Калинин

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.11.91 № 1749

3. ВЗАМЕН ГОСТ 741.6—80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН- ТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 123—78	2.2, 3.2
ГОСТ 741.1—80	Разд. 1
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 7478—75	2.2
ГОСТ 9849—86	2.2, 3.2
ГОСТ 10929—86	2.2
ГОСТ 11125—84	2.2, 3.2
ГОСТ 14261—77	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2