

ФЕРРОНИОБИЙ**Метод определения содержания кобальта**

Ferroniobium. Method for the determination
of cobalt content

ГОСТ
15933.12—70

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 6/V 1970 г. № 626 срок введения установлен с 1/VII 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на феррониобий и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания кобальта (при содержании кобальта от 0,005 до 0,10%).

Метод основан на образовании в уксуснокислом растворе комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью (1-нитрозо-2 нафтол-3,6-дисульфокислота, двунариевая соль), окрашенного в розовый цвет. Мешающее влияние ниобия устраняют добавлением фторидов, при этом ниобий связывается в комплекс, а мешающее влияние железа, меди и никеля устраняют кипячением раствора с азотной кислотой.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на феррониобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15933.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—63.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66 и разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, 50%-ный раствор.



29.7.95
13

Нитрозо-Р-соль, 0,1%-ный раствор.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525—68.

Кобальт сернистый по ГОСТ 4462—68.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г металлического кобальта растворяют в 20 мл разбавленной 1:4 соляной кислоты в присутствии нескольких капель концентрированной азотной кислоты. Раствор кипятят до прекращения выделения окислов азота, переливают его в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг кобальта.

Раствор Б; готовят следующим образом; отбирают пипеткой 10 мл раствора А, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

Стандартные растворы можно приготовить из хлористой или сернистой соли кобальта.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,8074 г хлористого кобальта ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) или 0,9538 г сернистого кобальта ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 0,02 н растворе серной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 л, доливают до метки 0,02 н раствором серной кислоты и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,2 мг кобальта.

Раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 5 мл раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки 0,02 н раствором серной кислоты и перемешивают.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску феррониобия 1 г помещают в платиновую чашку, приливают 5—7 мл фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, 5 мл концентрированной азотной кислоты. Стенки чашки обмывают водой, после чего приливают 10 мл концентрированной серной кислоты и выпаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения приливают 10 мл концентрированной соляной кислоты, 1—2 мл раствора фтористоводородной кислоты и нагревают до полного просветления раствора. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть 25 мл и нейтрализуют аммиаком до появления осадка, который растворяют в разбавленной 1:4 серной кислоте, добавляя ее по каплям из бюретки. При этом может остаться нерастворившимся белый осадок гидрата окиси

ниобия. Затем приливают 5 мл 50%-ного раствора уксуснокислого натрия, нагревают раствор до кипения и кипятят 3—5 мин до выпадения в осадок гидрата окиси железа. После этого приливают 10 мл 0,1%-ного раствора нитрозо-Р-соли и снова кипятят 1 мин для образования комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью.

Образовавшийся осадок растворяют в 10 мл концентрированной азотной кислоты, приливая ее до просветления раствора, и кипятят в течение 1 мин для разрушения комплексных соединений сопутствующих элементов (железо, никель, медь). После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Если раствор остается мутным, то его отфильтровывают через сухой фильтр.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 508 мк) в кювете с толщиной слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

3.1. Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 мл отмеривают пипеткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 мл стандартного раствора Б, что соответствует 5; 10; 15; 25; 30; 40 и 50 мкг кобальта, приливают по 10 мл воды, около 0,5 мл фтористоводородной кислоты и нейтрализуют по лакмусу аммиаком до щелочной реакции. Избыток аммиака нейтрализуют из бюретки по каплям разбавленной 1:4 серной кислотой до изменения синей окраски лакмусовой бумаги в розовую. Затем прибавляют 5 мл 50%-ного раствора уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в разд. 3.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям кобальта строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание кобальта (X) в процентах вычисляют по формулам:

при построении калибровочного графика

$$X = \frac{g \cdot 100}{G \cdot 1000},$$

где:

g — количество кобальта, найденное по калибровочному графику, в мкг;

G — навеска, соответствующая аликвотной части раствора, взятой для колориметрирования, в г;
при сравнении со стандартным раствором кобальта

$$X_1 = \frac{c(D - D_1)}{D_2 - D_1},$$

где:

- c — содержание кобальта в стандартном образце в %;
- D — оптическая плотность исследуемого раствора;
- D_1 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;
- D_2 — оптическая плотность раствора стандартного образца.

При отсутствии стандартного образца с известным содержанием кобальта его содержание можно вычислить по стандартному раствору кобальта по формуле:

$$X_2 = \frac{c(D - D_1) \cdot 100}{(D_2 - D_1) \cdot G},$$

где:

- c — содержание кобальта в стандартном растворе, близком по оптической плотности к анализируемому раствору, в г;
- D — оптическая плотность исследуемого раствора;
- D_1 — оптическая плотность раствора контрольного опыта;
- D_2 — оптическая плотность стандартного раствора кобальта;
- G — навеска пробы в г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание кобальта в %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа в абс. %
От 0,005 до 0,010	0,003
Св. 0,010 " 0,020	0,004
" 0,020 " 0,050	0,005
" 0,050 " 0,070	0,007
" 0,070 " 0,100	0,010