

СПЛАВЫ ТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ

Метод определения кобальта

Sintered hardmetals Method for the
determination of cobalt

ГОСТ

25599.4—83

[СТ СЭВ 2951—81]

ОКП 19 6100

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 января
1983 г. № 291 срок действия установлен

с 01.01.84

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает потенциметрический метод определения кобальта при массовой доле его от 1 до 60% в твердых спеченных сплавах, твердосплавных карбидных смесях.

Метод основан на окислении кобальта до трехвалентного состояния железосинеродистым калием в аммиачной среде. Избыток железосинеродистого калия оттитровывают потенциметрически раствором серноокислого кобальта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14339.0—82.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для проведения потенциметрического титрования.
Электрод платиновый индикаторный.

Проволока вольфрамовая — электрод сравнения.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см³.

Аммоний серноокислый по ГОСТ 3769—78, 25%-ный раствор.

Аммоний лимоннокислый по ГОСТ 3653—78, 30%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,4 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, плотностью 1,12 г/см³.

Бумага индикаторная по ГОСТ 5552—74.

Кобальт серноокислый или металлический.

Раствор серноокислого кобальта стандартный 0,002 г/см³ готовят двумя способами:

а) 10 г серноокислого кобальта растворяют в воде, приливают

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Переиздание Август 1984 г

10 см³ серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Концентрацию раствора устанавливают электролитическим методом;

б) 2,0 г металлического кобальта растворяют в 10 см³ азотной кислоты, упаривают до влажных солей, приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до паров серного ангидрида. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206—75, раствор 0,03 г·экв/дм³.

11 г железосинеродистого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Для установления соотношения объемов (концентраций) растворов сернокислого кобальта и железосинеродистого калия в стакан вместимостью 400 см³ приливают 10 см³ раствора лимоннокислого аммония, 100—200 см³ воды, 80 см³ аммиака, 20 см³ раствора сернокислого аммония и от 15 до 20 см³ раствора железосинеродистого калия.

Подготовленный раствор титруют потенциометрически раствором сернокислого кобальта.

Соотношение объемов (концентраций) растворов (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_2}{V_1} ,$$

где V_2 — объем раствора железосинеродистого калия, взятый для установления соотношения, см³;

V_1 — объем раствора сернокислого кобальта, израсходованный на титрование железосинеродистого калия, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В зависимости от ожидаемого содержания кобальта берут навеску массой в соответствии с табл. 1, растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты и 5 г сернокислого аммония в жаростойком стакане, покрытом часовым стеклом, или навеску пробы, смоченную водой, растворяют в смеси 15 см³ фтористоводородной и 5 см³ азотной кислот в платиновой чашке.

После растворения навески приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до паров серного ангидрида. Охлажденный раствор переливают в стакан.

Добавляют небольшими порциями 10 см³ раствора лимоннокислого аммония, 20 см³ раствора сернокислого аммония и 150 см³ воды. Раствор пробы осторожно нейтрализуют аммиаком до слабokислой реакции по бумаге конго, добавляют 80 см³ аммиака, после чего анализируемый раствор охлаждают.

К анализируемому раствору из бюретки приливают раствор железосинеродистого калия в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Масса навески пробы, г	Объем раствора железосинеродистого калия, см ³
От 1 до 5	0,5	15
Св. 5 » 10	0,2	15
» 10 » 30	0,1	20
» 30 » 50	0,1	30
» 50 » 60	0,1	35

Подготовленный анализируемый раствор титруют потенциометрически раствором сернокислого кобальта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V_3K - V_4) \cdot C}{m} \cdot 100,$$

где V_3 — объем раствора железосинеродистого калия, добавляемый к анализируемому раствору, см³.

V_4 — объем раствора сернокислого кобальта, израсходованный на обратное титрование избытка раствора железосинеродистого калия, см³;

K — соотношение объемов (концентраций) растворов сернокислого кобальта и железосинеродистого калия;

C — концентрация кобальта в стандартном растворе сернокислого кобальта, г/см³;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	Допускаемые расхождения, %
От 1,0 до 2,5	0,05
Св. 2,5 » 5	0,1
» 5 » 10	0,15
» 10 » 30	0,2
» 30 » 40	0,25
» 40 » 50	0,3
» 50 » 60	0,35

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 25599.1—83 (СТ СЭВ 2948—81)	Сплавы твердые спеченные. Методы определения общего углерода	1
ГОСТ 25599.2—83 (СТ СЭВ 2949—81)	Сплавы твердые спеченные. Методы определения свободного углерода	7
ГОСТ 25599.3—83 (СТ СЭВ 2950—81)	Сплавы твердые спеченные. Методы определения титана	10
ГОСТ 25599.4—83 (СТ СЭВ 2951—81)	Сплавы твердые спеченные. Метод определения кобальта	15

Редактор *В. С. Бабкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 29.01.85 Подп. в печ. 23.04.85 1,25 п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,14 уч.-изд. л.
Тираж 10.000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 1119

Изменение № 1 ГОСТ 25599.4—83 Сплавы твердые спеченные. Метод определения кобальта

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.88 № 1184

Дата введения 01.01.89

Раздел 2 дополнить абзацами: «Весы аналитические типа ВЛР-200 или любого другого типа, обеспечивающие погрешность взвешивания не более $\pm 0,0002$ г.

Мешалка магнитная ММ-5»;

исключить ссылку на ГОСТ 5552—74; заменить слова: «10 см³ раствора лимоннокислого аммония, 100—200 см³ воды, 80 см³ аммиака, 20 см³ раствора сернокислого аммония и от 15—20 см³ раствора железосинеродистого калия» на «20 см³ раствора аммония сернокислого, 10 см³ раствора лимоннокислого аммония, 100—200 см³ воды, 80 см³ аммиака и от 10 до 20 см³ раствора железосинеродистого калия»;

формулу изложить в новой редакции:

$$K = \frac{V_1}{V_2} .$$

Раздел 3. Первый абзац. Заменить значение: 15 см³ на 15—20 см³;

второй абзац. Заменить слова: «10 см³ серной кислоты» на «5 см³ раствора серной кислоты»; после слова «стакан» дополнить словами: «промывая чашку 2—3 раза подаммиачной водой»;

третий, пятый абзацы изложить в новой редакции: «Добавляют небольшими порциями 20 см³ раствора аммония сернокислого, 10 см³ раствора аммония лимоннокислого и 150 см³ воды. Раствор пробы осторожно нейтрализуют раствором аммиака до слабокислой реакции по индикаторной бумажке «конго», добавляют 80 см³ раствора аммиака, после чего анализируемый раствор охлаждают.

В подготовленный раствор опускают магнитную мешалку и электроды и оттитровывают избыток железосинеродистого калия раствором сернокислого кобальта до резкого скачка потенциала».