

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-80
	Analiza chemiczna molibdenu Oznaczenie zawartości kobaltu	0897-01.01
		Zamiast BN-65/0897-01
		Grupa katalogowa 0359

1. Zasada oznaczania. Metoda polega na utworzeniu kompleksu kobaltu z nitrozo-R solą o barwie czerwono-pomarańczowej w środowisku octanu sodowego. Obniżenie pH tego roztworu przez dodanie kwasu solnego umożliwia selektywne oznaczanie kobaltu. Absorbancję barwnego roztworu mierzy się przy długości fali 500 nm.

2. Aparatura. Spektrofotometr dla zakresu widzialnego lub fotokolorymetr z filtrem o maksimum przepuszczalności w zakresie 490 ÷ 510 nm; kuwety o grubości warstwy 1 cm.

3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny, roztwór 1N, 1+1.
- b) Kwas fosforowy, roztwór 85-procentowy.
- c) Mieszanina kwasów do rozpuszczania molibdenu, 33,5 cm³ kwasu azotowego (1,4), 12,5 cm³ wody, 22 cm³ kwasu siarkowego (1,8)
- d) Wodorotlenek sodowy, roztwór 20-procentowy
- e) Nitrozo-R-sól, roztwór 0,5 procentowy
- f) Octan sodowy, roztwór 30-procentowy
- g) Wzorcowe roztwory kobaltu.

Roztwór A. Odważyć 2,6300 g siarczanu kobaltu wyprażonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 400°C, rozpuścić w wodzie z dodatkiem 2 cm³ kwasu siarkowego (1,8) i rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej do objętości 1 dm³.

1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg kobaltu.

Roztwór B. 25 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić do kreski wodą. 1 cm³ roztworu B zawiera 0,05 mg kobaltu.

h) Roztwór molibdenu (tło). 2,0 g metalicznego proszku molibdenowego o zawartości minimum 99,99% Mo, umieścić w wysokiej zlewce pojemności 250 cm³, przykryć szkiełkiem zegarkowym i rozpuścić w 14 cm³ mieszaniny kwasów. Ponieważ reakcja jest silnie egzotermi-

czna, oraz wydziela się duża ilość tlenków azotu, rozpuszczanie należy przeprowadzać powoli, dodając mieszaninę kwasów małymi porcjami pod dobrze działającym wyciągiem. Po rozpuszczeniu molibdenu, odparować roztwór do początku wydzielania się dymów trójtlenku siarki, ostudzić i rozcieńczyć dodając ostrożnie 10 cm³ wody. Zbojętnić próbkę dodając roztwór wodorotlenku sodowego, początkowo porcjami po 4 — 5 cm³, następnie w miarę rozpuszczania osadu kwasu molibdenowego, porcje wodorotlenku sodowego zmniejszać i przy końcu dodawać powoli kroplami, aby uzyskać klarowny roztwór, oraz nie przekroczyć pH 7 (sprawdzić papierkiem uniwersalnym). Otrzymany roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³ i uzupełnić do kreski wodą.

4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do pięciu zlewek pojemności 150 cm³ odmierzyć po 25 cm³ roztworu molibdenu, dodać po 2 cm³ kwasu 1N, oraz następujące objętości wzorcowego roztworu kobaltu B: 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 cm³, w których zawartość kobaltu wynosi odpowiednio: 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 mg.

Do każdego z powyższych roztworów dodać po 2 cm³ roztworu nitrozo-R-soli, po 5 cm³ roztworu octanu sodowego i gotować przez 1 min. Po ostudzeniu dodać po 1 cm³ kwasu fosforowego, po 3 cm³ kwasu solnego (1+1) i powtórnie gotować przez 1 min. Barwne roztwory zawierające czerwono-pomarańczowy kompleks kobaltu z nitrozo-R-solą ostudzić, przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ i uzupełnić do kreski wodą. Wykonać pomiar absorbancji przy długości fali 500 nm w kuwecie o grubości warstwy 1 cm w odniesieniu do równoległe przygotowanego roztworu ślepej próby. Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi odciętych stężenie kobaltu, a na osi rzędnych absorbancję.

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM
 Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Ośrodka Badawczo-Rozwojowego POLAM dnia 31 grudnia 1980 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 5/1981 poz. 26)

5. Wykonanie oznaczania. 1 g badanej próbki umieścić w wysokiej zlewce pojemności 150 cm³, przykryć szkiełkiem zegarkowym i rozpuścić dodając powoli porcjami 7 cm³ mieszaniny kwasów. Dalej postępować wg 4.

Zobojętniony wg 4 roztwór próbki przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić do kreski wodą. Pobrać 25 cm³ tego roztworu, umieścić w zlewce pojemności 150 cm³ i dalej postępować jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej. Równolegle wykonać ślełą próbę. Zawartość kobaltu odczytać z krzywej wzorcowej.

6. Obliczanie wyników. Zawartość kobaltu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

w którym:

m_1 — masa kobaltu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

7. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać, przy zawartości kobaltu:

od 0,02 do 0,06% — 0,002%,

powyżej 0,06 do 0,12% — 0,005%.

K O N I E C