

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ТА ЧАВУН
Методи визначання кобальту**STEEL AND IRON**
Methods for determination of cobalt

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки кобальту в сталі та чавуні: фотометричні (від 0,0005% до 3,0%), атомно-абсорбційний (від 0,005 % до 25,0 %), гравіметричний (від 0,5% до 25,0%) та метод потенціометричного титрування (від 2,0% до 20,0%).

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева та чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ДСТУ 8923:2019 Чавун, сталь, феросплави, хром та марганець металеві. Загальні вимоги до методів аналізу

Видання офіційне

Примітка. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації — каталогом

ДСТУ

національних нормативних документів і щомісячним інформаційними показниками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу наведено в ДСТУ 7749 та ДСТУ 8923.

3.2 Норми точності й нормативи контролю точності визначення масової частки кобальту наведено в розділі 10.

4. ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ КОБАЛЬТУ ВІД 0,0005 % ДО 0,10 %

4.1. Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні забарвленої в червоний колір комплексної сполуки кобальту (III) з нітрато-Р-сіллю та подальшому вимірюванні світлопоглинання розчину за довжини хвилі 415 нм.

Вольфрам, ніобій, кремній та титан відокремлюють кислотним гідролізом.

Кобальт попередньо відокремлюють від основних компонентів із розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 9 моль/дм³ на сильноосновному аніоніті.

4.2. Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр або **фотоелектроколориметр** — згідно з чинним нормативним документом.

Хроматографічна колонка діаметром (1,5—2,0) см заповнена аніонітом з висотою шару (30—35) см (рисунок 1).

Сильноосновний аніоніт типу АВ-17-8С — згідно з чинним нормативним документом.

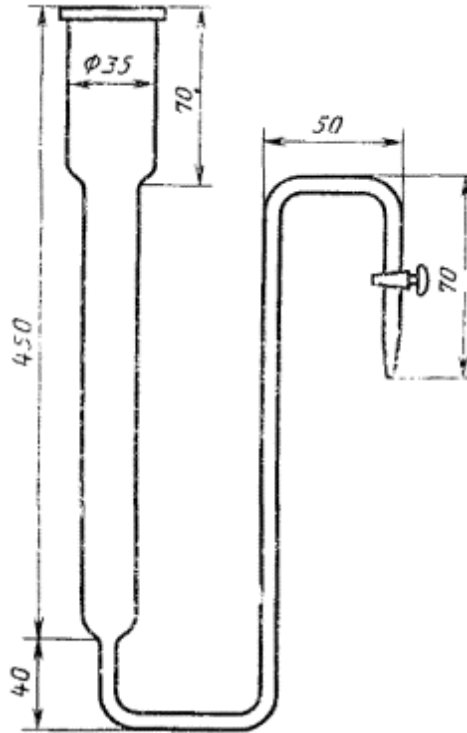


Рисунок 1 Хроматографічна колонка

Підготовка аніоніту до аналізування

Аніоніт, який випускається у вигляді водної суспензії, промивають двічі водою декантуванням. Для виділення фракції смоли з розміром зерна менше ніж 0,6 мм водну суспензію смоли (100—150) см³ виливають на сито з сіткою № 063 — згідно з чинним нормативним документом, і промивають струменем води, збираючи фракцію аніоніту, яка пройшла крізь сито, разом із водою в склянку місткістю (2—3) дм³. Смолу, що залишилася на ситі, відкидають.

Отриману фракцію аніоніту двічі промивають декантуванням соляною кислотою, розведеною 1:30, потім соляною кислотою, розведеною 1:1, до відсутності іонів заліза (проба з роданідом амонію), та ще (4—5) разів водою. Далі смолу обробляють розчином гідроксиду натрію до негативної реакції на хлорид-іони (проба з азотнокислим сріблом) та водою до нейтральної реакції за індикатором універсальним паперовим. Промитий та очищений аніоніт переносять у колонку, в нижній частині якої попередньо вміщують тампон зі скляної вати. Шар аніоніту в колонці

ДСТУ

повинен бути рівним, без бульбашок повітря. Після заповнення колонки крізь неї спочатку пропускають (120—150) см³ соляної кислоти, розведеної 1:30, зі швидкістю 1 см³/хв, а потім (120—150) см³ соляної кислоти, розведеної 1:2, та 100 см³ води.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1, 1:2, 1:30, 1:100 та розчини молярною концентрацією еквівалента 9 моль/дм³ і 0,5 моль/дм³.

Кислота азотна — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота ортофосфорна — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:50.

Натрій оцтовокислий — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 500 г/дм³.

Натрію гідроксид — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Нітросо-Р-сіль (динатрієва сіль 1-нітросо-2-нафтол-3, 6 дисульфокислоти) — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 1,0 г/дм³.

Амонію роданід — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 50 г/дм³.

Залізо карбонільне, особливої чистоти — згідно з чинним нормативним документом.

Кобальт металевий, марки К — згідно з чинним нормативним документом.

Стандартні розчини кобальту.

Розчин А: 0,1 г металевого кобальту вміщують у склянку місткістю (250—300) см³ й розчиняють нагріваючи в 100 см³ соляної кислоти, розведеної 1: 1. Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ стандартного розчину А містить 0,000 1 г кобальту.

Розчин Б: 10 см³ розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин готують перед застосуванням.

1 см³ стандартного розчину Б містить 0,000 01 г кобальту.

Індикатор універсальний, папір.

4.3 Аналізування

Наважку сталі або чавуну залежно від масової частки кобальту, наведеної в таблиці 1, вміщують у склянку місткістю (200—300) см³, доливають 30 см³ соляної й 10 см³ азотної кислоти, накривають склянку годинниковим склом і нагрівають до розчинення наважки.

Таблиця 1

Масова частка кобальту, %	Маса наважки, г	Розведення, см ³	Аліквотна частина, см ³
Від 0,0005 до 0,002 включ.	1	-	-
Понад 0,002 » 0,01	1	100	20
» 0,01 » 0,02	1	100	10
» 0,02 » 0,04	1	100	5
» 0,04 » 0,06	0,5	100	5
» 0,06 » 0,10	0,25	100	5

Розчин випарюють насухо. До сухого залишку додають 5 см³ соляної кислоти та нагрівають до розчинення солей.

Якщо в аналізованій пробі присутні вольфрам, ніобій, титан, то до розчину доливають 50 см³ гарячої води, нагрівають до температури (80—90)°С та відфільтровують осад вольфрамової, (частково кремнієвої), ніобієвої та титанової кислот на два фільтри «біла стрічка» й промивають (6-7) разів гарячою соляною кислотою, розведеної 1:100.

Фільтр з осадом відкидають, а фільтрат випарюють насухо. До сухого залишку доливають 20 см³ розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 9 моль/дм³, нагрівають до розчинення солей й охолоджують.

ДСТУ

Хроматографічну колонку промивають 50 см³ розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 9 моль/дм³. Аналізований розчин пропускають через колонку зі швидкістю (1-1,5) см³/хв. Коли рівень розчину в колонці буде на (1—2) см вище шару смоли, ополіскують склянку (5—6) см³ розчином соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 9 моль/дм³ та переносять промивну рідину в колонку. Повторюють цю операцію ще 3 рази й ополіскують верхню частину колонки (2—3) рази (5—6) см³ тим самим розчином соляної кислоти, кожен раз спостерігаючи за тим, щоб рівень розчину в колонці не опускався нижче (1—2) см над шаром смоли. Пропускають через колонку ще 100 см³ розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 9 моль/дм³. Фільтрат відкидають.

Кобальт десорбують (60—70) см³ розчину соляної кислоти, розведеної 1:2, зі швидкістю (1—1,5) см³/хв, збираючи елюат у склянку місткістю 300 см³.

Для підготування смоли до подальших визначень кобальту хроматографічну колонку промивають 100 см³ розчину соляної кислоти молярною концентрацією еквівалента 0,5 моль/дм³, потім (250—300) см³ води до нейтральної реакції за індикатором універсальним паперовим. Промивну рідину відкидають.

Якщо масова частка кобальту в аналізованій пробі становить (від 0,0005 до 0,002) %, елюат випарюють до (5—10) см³, доливають кілька крапель азотної кислоти й випарюють до стану вологих солей. Якщо масова частка кобальту становить понад 0,002 %, елюат випарюють до об'єму (30—35) см³, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Аліквотну частину розчину згідно з таблицею 1 вміщують у склянку місткістю 100 см³, додають кілька крапель азотної кислоти й випарюють до стану вологих солей.

До отриманого в обох випадках сухого залишку додають 5 см³ ортофосфорної кислоти, розведеної 1:50, 1 см³ розчину нітросо-Р-солі, 2 см³ розчину оцтовокислого натрію, перемішують і витримують розчин на киплячій водяній бані протягом 3 хв. Потім до розчину додають 0,75 см³ соляної кислоти, перемішують і знову витримують на водяній бані протягом 2 хв. Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють на спектрофотометрі за довжини хвилі 415 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, який має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 400 нм до 500 нм, в кюветі з товщиною поглинаючого шару 50 мм. Як розчин порівняння використовують розчин контрольного досліджу.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів.

Масу кобальту визначають за градувальним графіком.

Побудова градувального графіка

У дев'ять склянок місткістю (250—300) см³ вміщують по 1 г карбонільного заліза. У вісім з них послідовно додають 0,5; 0,7; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 і 2,0 см³ стандартного розчину кобальту Б, що відповідає 0,05 · 10⁻⁴; 0,07 · 10⁻⁴; 0,10 · 10⁻⁴; 0,12 · 10⁻⁴; 0,14 · 10⁻⁴; 0,16 · 10⁻⁴; 0,18 · 10⁻⁴ і 0,20 · 10⁻⁴ г кобальту.

Дев'ята склянка слугує для проведення контрольного досліджу.

У кожен склянку додають по 30 см³ соляної та по 10 см³ азотної кислот, накривають склянки часовим склом і розчиняють наважки нагріваючи. Далі аналізування виконують, як зазначено в 4.3, починаючи зі слів: «Розчин випарюють насухо, до сухого залишку додають 5 см³ соляної кислоти ...».

За отриманими значеннями оптичної густини розчинів з урахуванням поправки контрольного досліджу та відповідними до них

ДСТУ

значеннями маси кобальту будують градувальний графік у координатах оптична густина — маса кобальту, в грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка кобальту у відсотках.

4.4 Опрацювання результатів

Масову частку кобальту X_1 , у відсотках, обчислюють за формулою:

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

де m_1 — маса кобальту, визначена за градувальним графіком, г;

m — маса наважки проби, що відповідає аліквотній частині розчину,

г.

5 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ КОБАЛЬТУ ВІД 0,005% ДО 0,5%

5.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні забарвленої в червоний колір комплексної сполуки кобальту з нітросо-Р-сіллю та подальшому вимірюванні світлопоглинання розчину за довжини хвилі 500 нм або 530 нм.

Вплив заліза, хрому та нікелю усувають додаванням пірофосфорнокислого калію та подальшим кип'ятінням розчину з азотною кислотою чи осадженням заліза, алюмінію, титану, хрому та інших елементів оксидом цинку.

5.2 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1 та 1:100.

Кислота азотна — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1.

Аміак водний — згідно з чинним нормативним документом.

Нітросо-Р-сіль (динатрієва сіль 1-нітросо-2-нафтол-3,6-дисульфокислоти) — згідно з чинним нормативним документом, розчини масовою концентрацією 1 г/дм³ та 10 г/дм³.

Натрій оцтовокислий — згідно з чинним нормативним документом, розчини масовою концентрацією 400 г/дм³ та 500 г/дм³.

Калій пірофосфорнокислий — згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 800 г/дм³.

Залізо карбонільне радіотехнічне — згідно з чинним нормативним документом або з масовою часткою кобальту менше ніж 0,005%.

Цинку оксид — згідно з чинним нормативним документом, розчин у вигляді водної суспензії, розведений 1:5.

Кобальт металевий марки К0 — згідно з чинним нормативним документом з масовою часткою кобальту не менше ніж 99,99%.

Стандартні розчини кобальту.

Розчин А: 0,1 г металевого кобальту вміщують у склянку місткістю (250—300) см³ та розчиняють нагріваючи в 100 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, й охолоджують. Розчин переносять у мірну колбу колбу 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ стандартного розчину містить 0,000 1 г кобальту.

Розчин Б: 0,2 г металевого кобальту вміщують у склянку місткістю (250—300) см³ та розчиняють нагріваючи в 10 см³ азотної кислоти, розведеної 1:1, додають (100—150) см³ води. Розчин охолоджують і переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину Б містить 0,000 2 г кобальту.

Розчин В: 2,5 г заліза карбонільного вміщують у склянку місткістю (250—300) см³, доливають 40 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, й розчиняють повільно нагріваючи. Після повного розчинення наважки до розчину додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання й

ДСТУ

охолоджують. До отриманого розчину за допомогою мікробюретки додають 12,5 см³ стандартного розчину А та далі аналізування виконують, як зазначено в 5.3.2 до моменту осадження заліза та фільтрування розчину.

1 см³ розчину В містить 0,000 01 г кобальту.

Розчин готують перед використанням.

Розчин фону: 2,5 г заліза карбонільного вміщують у склянку місткістю (250—300) см³, доливають 40 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, та розчиняють повільно нагріваючи. Після повного розчинення наважки до розчину додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання й далі аналізування виконують, як зазначено в 5.3.2 до моменту осадження заліза та фільтрування розчину.

5.3 Аналізування

5.3.1 *Визначення кобальту від 0,10 % до 0,50%*

5.3.1.1 Наважку сталі або чавуну масою 0,25 г (за масової частки кобальту від 0,1% до 0,2%) або 0,1 г (за масової частки кобальту від 0,2 % до 0,5%) вміщують у склянку місткістю (250—300) см³, доливають 15 см³ соляної кислоти, 5 см³ азотної кислоти, накривають склянку годинниковим склом і розчиняють наважку нагріваючи. Після повного розчинення наважки розчин випарюють насухо.

Сухий залишок розчиняють, нагріваючи, в 5 см³ соляної кислоти, додають 50 см³ гарячої води, нагрівають до температури (80—90)°С та відфільтровують осад кремнієвої, вольфрамової, ніобієвої та титанової кислот на два фільтра «біла стрічка». Фільтр і осад промивають (6—7) разів гарячої соляною кислотою, розведеною 1:100. Фільтр з осадом відкидають. Фільтрат охолоджують, переводять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Аліквотну частину отриманого розчину 10 см³, вміщують у склянку місткістю 100 см³ та послідовно доливають 10 см³ води, 10 см³ розчину нітрузо-Р-солі масовою концентрацією 1 г/дм³, 5 см³ розчину оцтовокислого натрію масовою концентрацією 400 г/дм³ та негайно 5 см³

розчину пірофосфорнокислого калію. Розчин нагрівають до кипіння, кип'ятять (2—3) хв, доливають 5 см³ азотної кислоти, розведеної 1:1, та кип'ятять ще 1 хв. Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють на спектрофотометрі за довжини хвилі 500 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, який має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 430 нм до 540 нм, в кюветі з товщиною поглинаючого шару 30 мм. Як розчин порівняння використовують розчин контрольного досліджу.

Розчин порівняння готують наступним чином: аліквотну частину аналізованого розчину 10 см³, вміщують у склянку місткістю 100 см³, додають по 10 см³ води й азотної кислоти та кип'ятять 2 хв. Потім додають 10 см³ розчину нітритно-Р-солі масовою концентрацією 1 г/дм³, 5 см³ розчину оцтовокислого натрію масовою концентрацією 400 г/дм³ та негайно 5 см³ розчину пірофосфорнокислого калію. Розчин кип'ятять 1 хв, охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів.

Масу кобальту визначають за градувальним графіком.

5.3.1.2 Побудова градувального графіка

У сім склянок місткістю (250—300) см³ вміщують по 0,25 г карбонільного заліза. В шість з них послідовно додають 1, 2, 3, 4, 5 і 6 см³ стандартного розчину А. Сьома склянка слугує для проведення контрольного досвіду.

У кожену склянку додають 15 см³ соляної й 5 см³ азотної кислот, накривають склянку годинниковим склом і розчиняють наважку нагріваючи. Далі аналізування виконують, як зазначено в 5.3.1.1.

Від значення оптичної густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досліджу.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси кобальту будують градувальний графік у

ДСТУ

координатах оптична густина – маса кобальту, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка кобальту у відсотках.

5.3.2 Визначення кобальту від 0,005% до 0,50%

5.3.2.1 Наважку аналізованої проби та об'єм соляної кислоти залежно від масової частки кобальту, наведеної в таблиці 2, вміщують у конічну колбу місткістю 300 см³ та розчиняють повільно нагріваючи.

Таблиця 2

Масова частка кобальту, %	Маса наважки проби, г	Об'єм соляної кислоти для розчинення, см ³
Від 0,005 до 0,025 включ.	2,5	40
Понад 0,025 » 0,10	1,0	30
» 0,10 » 0,50	0,5	20

Після повного розчинення наважки додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2—3) см³, розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту та випарюють до об'єму (8—10) см³, додають 25 см³ соляної кислоти й знову випарюють до об'єму (8—10) см³. Розчин охолоджують, розводять водою до (130 - 150) см³ та переносять у мірну колбу місткістю 250 см³. Потім додають аміак до появи червоно-бурого забарвлення розчину. У разі появи осаду гідроксидів металів, його розчиняють, додаючи краплями соляну кислоту, розведену 1:1.

До отриманого розчину обережно, невеликими порціями, безперервно перемішуючи, додають суспензію оксиду цинку до утворення на дні колби білого осаду. Вміст колби охолоджують, доливають водою до позначки, перемішують і дають осаду відстоятися.

Розчин фільтрують через сухий фільтр «біла стрічка» в суху склянку, відкидаючи перші порції фільтрату.

Аліквотну частину розчину аналізованої проби та розчину фону відповідно до таблиці 3 вміщують у дві мірні колби місткістю 50 см³.

Таблиця 3

Масова частка кобальту, %	Аліквотна частина розчину, см ³	Аліквотна частина розчину фону, см ³	Маса проби, що відповідає аліквотній частині, г
Від 0,005 до 0,025 включ.	20	-	0,2
Понад 0,25 » 0,10	10	10	0,04
» 0,10 » 0,50	5	15	0,01

Для приготування забарвленого розчину до розчину в другій колбі доливають 10 см³ розчину нітросо-Р-солі, 10 см³ розчину оцтовокислого натрію, перемішують і залишають на 10 хв за кімнатної температури. Потім додають 10 см³ розчину азотної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують.

Для готування розчину порівняння до розчину в першій колбі додають 10 см³ розчину оцтовокислого натрію, 10 см³ розчину азотної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють через 20 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 500 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, який має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 500 нм до 530 нм

5.3.2.2 Побудова градувального графіка

Для отримання розчину порівняння в шість із семи мірних колб місткістю по 50 см³ послідовно додають 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 і 5,0 см³ стандартного розчину В. У всі колби доливають розчин фону до об'єму 20 см³, додають по 10 см³ розчину оцтовокислого натрію й азотної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують. Сьома колба слугує для проведення контрольного дослідів.

Для отримання забарвленого розчину в шість із семи мірних колб місткістю по 50 см³ послідовно додають 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 і 5,0 см³ стандартного розчину В. Сьома колба слугує для проведення контрольного дослідів.

ДСТУ

У всі колби доливають розчин фону до об'єму 20 см³, додають по 10 см³ розчину нітросо-Р-солі та розчину оцтовокислого натрію, перемішують і залишають на 10 хв за кімнатної температури. Потім додають по 10 см³ азотної кислоти, перемішують, доливають водою до позначки та знову перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють через 20 хв на спектрофотометрі за довжини хвилі 500 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, який має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 500 нм до 530 нм

Розчином порівняння служить відповідний розчин.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси кобальту будують градувальний графік у координатах оптична густина – маса кобальту, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка кобальту у відсотках.

5.3.4 Опрацювання результатів

Масову частку кобальту X_2 , у відсотках, обчислюють за формулою:

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

де m_1 — маса кобальту, визначена за градувальним графіком, г;

m — маса наважки проби, що відповідає аліквотній частині розчину,

г.

6 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ КОБАЛЬТУ ВІД 0,50% ДО 3,00%

6.1 Суть методу

Метод ґрунтується на утворенні забарвленої в червоний колір комплексної сполуки кобальту з нітросо-Р-сіллю та подальшому вимірюванні світлопоглинання розчину за довжини хвилі 500 нм.

Вплив заліза, нікелю та міді усувають кип'ятінням аналізованого розчину з азотною кислотою після додавання нітрузо-Р-солі.

6.2 Апаратура, реактиви та розчини

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр—згідно з чинним нормативним документом.

Кислота соляна—згідно з чинним нормативним документом і розведена 1: 1.

Кислота азотна—згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1.

Кислота сірчана—згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:100.

Аміак водний — згідно з чинним нормативним документом.

Нітрузо-Р-сіль (динатрієва сіль 1-нітрузо-2-нафтол-3,6 дисульфокислоти)— згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 1 г/дм³.

Натрій оцтовокислий—згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 500 г/дм³.

Залізо карбонільне, особливої чистоти—згідно з чинним нормативним документом.

Кобальт металевий, марки К0—згідно з чинним нормативним документом.

Стандартний розчин кобальту, готують так: 0,1 г металевого кобальту вміщують у склянку місткістю (250—300) см³, доливають 100 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, й розчиняють, нагріваючи, та охолоджують. Розчин переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ стандартного розчину містить 0,000 1 г кобальту.

6.3 Аналізування

6.3.1 Наважку проби масою 0,1 г вміщують у склянку місткістю (250—300) см³, доливають 15 см³ соляної й 5 см³ азотної кислот, накривають

ДСТУ

годинниковим склом і нагрівають до розчинення наважки. Розчин охолоджують, обережно додають 5 см³ сірчаної кислоти, нагрівають до видалення її парів й охолоджують. Обережно, безперервно перемішуючи, доливають (50—60) см³ води та нагрівають до розчинення солей. Розчин охолоджують і переносять у мірну колбу місткістю 200 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Розчин фільтрують через два сухих фільтра «біла стрічка» в склянку, відкидаючи перші порції фільтрату. Фільтр з осадом відкидають.

Аліквотну частину отриманого розчину 5 см³, вміщують у склянку місткістю 100 см³, додають 5 см³ води та краплями розчин аміаку до появи осаду гідроксидів металів, який розчиняють додаючи краплями соляну кислоту, розведену 1:1, й надлишок 1 см³. Потім до розчину додають 5 см³ розчину оцтовокислого натрію, 10 см³ розчину нітритно-Р-солі, вміст склянки нагрівають до кипіння, кип'ятять (2—3) хв, доливають 10 см³ азотної кислоти, розведеної 1:1, й кип'ятять ще 1 хв. Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Оптичну густину розчину вимірюють на спектрофотометрі за довжини хвилі 500 нм або на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, який має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 430 нм до 540 нм. Вимірювання виконують у кюветі з товщиною поглинаючого шару 50 мм, якщо масова частка кобальту становить не більше ніж 1% або в кюветі з товщиною поглинаючого шару 30 мм за масової частки кобальту від 1% до 3%.

Розчин порівняння готують так: аліквотну частину розчину 5 см³ вміщують у склянку місткістю 100 см³, додають 10 см³ азотної кислоти, розведеної 1:1, й кип'ятять 2 хв. Потім доливають 10 см³ розчину нітритно-Р-солі, 5 см³ розчину оцтовокислого натрію, розчин кип'ятять 1 хв, охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивах.

Від значень оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного дослідіду.

Результати аналізування обчислюють за градувальним графаком.

6.3.2 Побудова градувальних графіків

6.3.2.1 *Побудова градувального графіку за масової частки кобальту від 0,5% до 1,0%.*

У вісім склянок місткістю (250—300) см³ вміщують по 0,1 г карбонільного заліза. В сім з них послідовно додають 4, 5, 6, 7, 8, 9 і 10 см³ стандартного розчину кобальту, що відповідає $0,4 \cdot 10^{-3}$; $0,5 \cdot 10^{-3}$; $0,6 \cdot 10^{-3}$; $0,7 \cdot 10^{-3}$; $0,8 \cdot 10^{-3}$; $0,9 \cdot 10^{-3}$ і $1,0 \cdot 10^{-3}$ г кобальту. Восьма склянка слугує для проведення контрольного дослідіду.

У склянки додають по 15 см³ соляної та по 5 см³ азотної кислот, накривають склянки годинниковим склом і розчиняють наважки, нагріваючи. Далі аналізування виконують, як зазначено в 6.3.1, починаючи зі слів: «Розчин охолоджують, обережно додають 5 см³ сірчаної кислоти й нагрівають до видалення її парів ...».

Від значення оптичної густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного дослідіду.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси кобальту будують градувальний графік у координатах оптична густина — маса кобальту, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка кобальту у відсотках.

6.3.2.2 *Побудова градувального графіку за масової частки кобальту від 1,0 % до 3,0%*

У сім склянок місткістю (250—300) см³ вміщують по 0,1 г карбонільного заліза. У шість з них послідовно додають 10; 14; 18; 22; 26 і 30 см³ стандартного розчину кобальту, що відповідає $1,0 \cdot 10^{-3}$; $1,4 \cdot 10^{-3}$; $1,8 \cdot 10^{-3}$; $2,2 \cdot 10^{-3}$; $2,6 \cdot 10^{-3}$ і 3,0 г кобальту. Сьома склянка слугує для проведення контрольного дослідіду.

ДСТУ

У склянки доливають по 15 см³ соляної та по 5 см³ азотної кислот, накривають їх годинниковим склом і розчиняють наважки, нагріваючи.

Далі аналізування виконують, як зазначено в 6.3,1, починаючи зі слів: «Розчин охолоджують, обережно додають по 5 см³ сірчаної кислоти й нагрівають до видалення її парів ...».

Від значення оптичної густини аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досліджу.

За знайденими значеннями оптичної густини та відповідними до них значеннями маси кобальту будують градувальний графік у координатах оптична густина – маса кобальту, у грамах. Допустимо будувати градувальний графік у координатах: оптична густина — масова частка кобальту, у відсотках.

6.4 Опрацювання результатів

Масову частку кобальту X_3 , у відсотках, обчислюють за формулою:

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

де m_1 — маса кобальту, визначена за градувальним графіком, г;

m — маса наважки проби, що відповідає аліквотній частині розчину,

г.

7 ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ КОБАЛЬТУ ВІД 2,0 % ДО 20, 0 %

7.1 Суть методу

Метод ґрунтується на окисленні кобальту II до кобальту III в аміачному середовищі під час титрування розчином заліzosиньородистого калію та потенціометричному визначенні кінцевої точки титрування.

Кобальт відокремлюють від марганцю, хрому, нікелю та інших елементів селективною сорбцією на аніоніті з солянокислого розчину.

7.2. Апаратура, реактиви та розчини

Установка для потенціометричного титрування, що складається з: двох електродів: **індикаторного (платинового) й електрода порівняння** (каломельного, хлорсрібного чи вольфрамового);

магнітної чи механічної мішалка;

мілівольтметра постійного струму чи **pH-метра**, який дає змогу чітко фіксувати зміну потенціалу в точці еквівалентності під час титрування. За потреби до приладу послідовно вмикають змінний опір, який дає змогу виконувати вимірювання в межах шкали приладу.

Хроматографічна колонка діаметром (1,5—2) см, заповнена аніонітом з висотою шару (40—45) см.

Сильноосновний аніоніт типу АВ-17-8чС —згідно з чинним нормативним документом.

Підготування аніоніта до аналізування виконують, як зазначено в 4.2.

Кислота соляна —згідно з чинним нормативним документом і розведена 3:1; 1:1; 1:2 та 1:30.

Кислота азотна —згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:100.

Аміак водний—згідно з чинним нормативним документом.

Амонію хлорид —згідно з чинним нормативним документом.

Амоній лимоннокислий (цитрат) —згідно з чинним нормативним документом.

Кобальт металевий, марки К0 —згідно з чинним нормативним документом.

Стандартний розчин кобальту готують так: 0,5 г металевого кобальту розчиняють, нагріваючи в 20 см³ азотної кислоти, розведеної 1:1. Розчин випарюють насухо, доливають 10—15 см³ соляної кислоти й знову випарюють насухо. Операцію випарювання після додавання соляної кислоти повторюють ще двічі. Солі розчиняють у 50 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, переносять розчин у мірну колбу місткістю 500 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину містить 0,001 г кобальту.

ДСТУ

Калій заліzosиньородистий (фероціанід) —згідно з чинним нормативним документом, **стандартний розчин** готують так: 8,25 г заліzosиньородистого калію вміщують у склянку місткістю (600—800) см³ й розчиняють у (400—500) см³ води. Вміст склянки переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин переливають у склянку з темного скла. Масову концентрацію розчину встановлюють кожен раз перед використанням за стандартним розчином кобальту, пропущеного через колонку з аніонітом.

Аліквотну частину стандартного розчину кобальту 15 см³ вміщують у склянку місткістю (200—300) см³ та випарюють насухо. Далі аналізування виконують, як зазначено в 5.3, починаючи зі слів «До залишку в склянці доливають 20 см³ соляної кислоти, розведеної 3:1, й розчиняють солі, помірно нагріваючи».

Масову концентрацію розчину фероціаніду калію T , виражену у грамах кобальту на 1 см³ розчину, обчислюють за формулою:

$$T = \frac{V \cdot C_{\text{ст}}}{V_1},$$

де T —масова концентрація розчину фероціаніду калію, виражена у г/см³ кобальту;

V —об'єм стандартного розчину кобальту, взятий для встановлення масової концентрації розчину фероціаніду калію, см³;

$C_{\text{ст}}$ — масова концентрація стандартного розчину кобальту, г/см³;

V_1 - об'єм розчину фероціаніду калію, витрачений на титрування, см³.

7.3 Аналізування

Наважку аналізованої проби залежно від масової частки кобальту, наведеної в таблиці 4, вміщують у склянку місткістю (200—300) см³, доливають (40—50) см³ соляної й (5—10) см³ азотної кислоти, накривають склянку годинниковим склом і помірно нагрівають до розчинення наважки.

Таблиця 4

Масова частка кобальту, %					Наважка проби, г
Від	2,0	до	5,0	включ.	0,5
Понад	5,0	»	10,0	»	0,25
»	10,0	»	20,0	»	0,1

Потім обережно додають (5—10) см³ азотної кислоти й випарюють до об'єму (15—20) см³, розводять гарячою водою до (50—200) см³, нагрівають до кипіння й витримують на теплій плиті протягом (1,5—2) год. Осад відфільтровують на фільтр «синя стрічка» з додаванням невеликої кількості фільтропаперової маси та промивають (10—12) разів гарячою азотною кислотою, розведеною 1:100. Фільтр з осадом відкидають.

Розчин випарюють насухо, додають 10 см³ соляної кислоти й знову випарюють насухо. До сухого залишку в склянці додають 20 см³ соляної кислоти, розведеної 3:1, й розчиняють солі, помірно нагріваючи. Розчин охолоджують до кімнатної температури та переносять у іонообмінну колонку зі смолою, попередньо промиту 100 см³ соляної кислоти, розведеної 3:1.

Далі операції сорбції кобальту з аналізованого розчину та його десорбцію виконують, як зазначено в 4.3.

До отриманого елюату доливають 30 см³ азотної кислоти, 15 см³ сірчаної кислоти та випарюють розчин до виділення парів сірчаної кислоти й охолоджують. До вмісту в склянці обережно доливають 40 см³ води, охолоджують і додають розчин аміаку до появи осаду гідроксидів металів, який розчиняють, додаючи краплями соляну кислоту, розведену 1:1, й охолоджують.

Склянку з аналізованим розчином вміщують у прилад для потенціометричного титрування. В розчин занурюють електроди та вмикають магнітну мішалку. До розчину в склянці додають 10 г лимоннокислого амонію, 15 г хлориду амонію, (20—25) см³ аміаку, перемішують розчин мішалкою до повного розчинення солей та негайно титрують розчином фероціаніду калію, додаючи його спочатку швидко, а

ДСТУ

поблизу точки еквівалентності краплями до різкого відхилення стрілки приладу. Об'єм розчину в бюретці та показання приладу записують після додавання кожної краплі.

Об'єм розчину фероціаніду калію, що відповідає максимальній зміні показника приладу, беруть за об'єм, витрачений на титрування.

7.4. Опрацювання результатів

Масову частку кобальту X_4 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{VT \cdot 100}{m},$$

де V — об'єм розчину фероціаніду калію, витрачений на титрування, см³;

T —масова концентрація розчину фероціаніду калію, виражена в грамах кобальту на 1 см³ розчину;

m —маса наважки проби, г.

8 АТОМНО-АБСОРБЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ КОБАЛЬТУ ВІД 0,005% до 25,0%

8.1 Суть методу

Метод ґрунтується на вимірюванні ступеня поглинання резонансного випромінювання вільними атомами кобальту, що утворюються в результаті розпилення аналізованого розчину в полум'я повітря-ацетилен або ацетилен-оксид азоту I, за довжини хвилі 240,7 нм або 252,1 нм.

8.2 Апаратура, реактиви та розчини

Атомно-абсорбційний полум'яний спектрофотометр.

Лампа з порожнистим катодом для визначення кобальту.

Балон з ацетиленом.

Балон з оксидом азоту I.

Компресор, що забезпечує подачу стисненого повітря, чи балон із стисненим повітрям.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1 та 1:40.

Кислота азотна — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота ортофосфорна — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота сірчана — згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1.

Суміш кислот: 150 см³ ортофосфорної кислоти та 300 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:1, змішують, охолоджують, доливають водою до об'єму 1 дм³ та перемішують.

Залізо електролітичне або карбонільне з масовою часткою кобальту менше ніж 0,005%.

Кобальт металевий марки КО, який містить масову частку кобальту не менше ніж 99,99%.

Стандартні розчини кобальту.

Розчин А: 1 г металевого кобальту вміщують у склянку місткістю 200 см³, додають 20 см³ соляної кислоти та 2 см³ азотної кислоти й розчиняють, нагріваючи. Розчин випарюють насухо, додають 20 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1 й залишок розчиняють, нагріваючи. Розчин переносять у мірну колбу місткістю 500 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,002 г кобальту.

Розчин Б: 50 см³ розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають соляною кислотою, розведеною 1:40 до позначки та перемішують.

1 см³ розчину Б містить 0,001 г кобальту.

Розчин В: 25 см³ розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають соляною кислотою, розведеною 1:40 до позначки та перемішують.

1 см³ розчину В містить 0,000 5 г кобальту.

ДСТУ

Розчин Г: 25 см³ розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 500 см³, доливають соляною кислотою, розведеною 1:40, до позначки та перемішують.

1 см³ розчину Г містить 0,000 1 г кобальту.

Розчин Д: 50 см³ розчину Г вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають соляною кислотою, розведеною 1:40 до позначки та перемішують.

1 см³ розчину Д містить 0,000 05 г кобальту.

8.3. Підготування приладу

Прилад готують відповідно до наданої інструкції. Настроюють спектрофотометр на резонансну лінію 240,7 нм або 252,1 нм. Після вмикання системи подавання газів і запалення пальника в полум'я розпилюють воду й встановлюють нульовий показник приладу.

8.4 Аналізування

8.4.1 Визначення кобальту за масової частки від 0,25 % до 5,00 %

8.4.1.1 Наважку проби залежно від масової частки кобальту, наведеної в таблиці 5, вміщують у склянку місткістю (200—300), додають 20 см³ соляної кислоти та 5 см³ азотної кислоти й розчиняють, нагріваючи, та випарюють насухо. До вмісту в склянці додають 4 см³ соляної кислоти, витримують (3-5) хв, додають (20—30) см³ води й нагрівають до розчинення солей. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують. Отриманий розчин фільтрують через сухий фільтр «біла стрічка» в суху конічну колбу та відкидають перші дві порції фільтрату.

Таблиця 5

Масова частка кобальту, %	Маса наважки, г	Розведення, см ³
Від 0,25 до 1,5 включ.	0,2	100
Понад 1,5 » 3,0	0,1	100
» 3,0 » 5,0	0,1	Розводять так, щоб масова частка кобальту перебувала в діапазоні (від 0,005 до 0,03) мг/см ³

Якщо масова частка кобальту становить менше ніж 3,0 %, кобальт визначають безпосередньо з отриманого розчину. Якщо масова частка кобальту становить понад 3,0 %, відбирають аліквотну частину розчину відповідно до таблиці 5 в мірну колбу місткістю 100 см³, додають 4 см³ соляної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують.

Для готування нульового розчину в мірну колбу місткістю 100 см³ вносять 4 см³ соляної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують. Розчини розпилюють у порядку зростання абсорбції до отримання стабільних показань для кожного розчину, починаючи з нульового. Перед розпиленням кожного розчину розпилюють воду для промивання системи та перевіряння нульової точки.

Одночасно за тих самих умов готують розчин контрольного дослідження. Наважку 0,1 г або 0,2 г карбонільного заліза вносять у склянку місткістю 100 см³ та далі аналізують, як зазначено вище.

Від значення абсорбції кожного аналізованого розчину віднімають середнє значення абсорбції розчину контрольного дослідження.

Масу кобальту визначають за градувальним графіком.

8.4.1.2 Побудова градувального графіку

У шість мірних колб місткістю 100 см³ послідовно вносять 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного розчину кобальту В, що відповідає 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,0020; 0,0025; 0,0030-г кобальту. Сьома колба слугує для проведення контрольного дослідження. У кожену колбу додають по 4 см³ соляної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують. Далі аналізування виконують, як зазначено в 8.4.1.1.

Від середнього значення оптичної густини кожного розчину віднімають середнє значення оптичної густини контрольного розчину. За отриманими значеннями абсорбції та відповідними до них значеннями маси кобальту будують градувальний графік.

8.4.2 Визначення кобальту за масової частки від 0,005% до 25,0 %

ДСТУ

8.4.2.1 Наважку проби залежно від масової частки кобальту, наведеної в таблиці 6, вміщують у склянку місткістю 250 см³, додають 20 см³ суміші кислот і розчиняють, нагріваючи. Після розчинення наважки додають

Таблиця 6

Масова частка кобальту, %	Маса наважки, г	Розведення, см ³	Аліквотна частина розчину, см ³	Кінцеве розведення розчину, см ³
Від 0,005 до 0,025 вклуч.	1,0	50	-	-
Понад 0,025 » 0,05	0,5	50	-	-
» 0,05 » 0,5	0,25	250	-	-
» 0,5 » 5,0	0,25	250	10	100
» 5,0 » 10,0	0,25	250	5	100
» 10,0 » 25,0	0,25	250	5	250

краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2—3) см³.

У разі аналізування високолегованих сталей та чавунів, наважку розчиняють у 20 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, й 3 см³ азотної кислоти. Розчин випарюють до невеликого об'єму, додають 20 см³ суміші кислот і випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Якщо утворився осад нерозчинених карбідів, додають кілька крапель азотної кислоти та знову випарюють до появи парів сірчаної кислоти й охолоджують. Потім додають 20 см³ води й нагрівають до розчинення солей. Розчин переносять у мірну колбу відповідно до таблиці 6, доливають водою до позначки та перемішують. Розчин фільтрують через сухий фільтр «біла стрічка» у суху склянку, відкидаючи першу порцію фільтрату. Фільтр з осадом відкидають.

Якщо масова частка кобальту становить менше ніж 0,5 %, кобальт визначають безпосередньо з отриманого розчину. Якщо масова частка кобальту становить понад 0,5 %, відбирають аліквотну частину розчину в мірну колбу відповідно до таблиці 6, додають 4 см³ соляної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують.

Для готування нульового розчину в мірну колбу місткістю 100 см³ вносять 4 см³ соляної кислоти, доливають водою до позначки та перемішують.

Розчини розпилюють у порядку зростання абсорбції до отримання стабільних показань для кожного розчину, починаючи з нульового. Перед розпиленням кожного розчину розпилюють воду для промивання системи та перевіряння нульової точки.

Атомну абсорбцію кобальту вимірюють за довжини хвилі 240,7 нм в полум'ї ацетилен—повітря чи оксид азоту I —ацетилен. Масу кобальту визначають за градувальним графіком.

Одночасно за тих самих умов готують розчин контрольного досліджу. Наважку 0,1 г або 0,2 г карбонільного заліза вносять у склянку місткістю 100 см³ та далі аналізують, як зазначено вище.

Від значення абсорбції кожного аналізованого розчину віднімають середнє значення абсорбції розчину контрольного досліджу.

Масу кобальту визначають за градувальним графіком.

8.4.2.2 Побудова градувальних графіків

За масової частки кобальту від 0,005 до 0,025%.

У шість склянок місткістю 250 см³ вміщують по 1 г заліза. В п'ять з них послідовно додають 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 і 5,0 см³ стандартного розчину кобальту Д. Шоста колба слугує для проведення контрольного досліджу.

У кожену склянку додають по 20 см³ суміші кислот. Після повного розчинення наважки, додають азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2-3) см³, розчин кип'ятять та випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 50 см³ і далі аналізування виконують, як зазначено в 8.4.2.1.

За масової частки кобальту від 0,025 до 0,05%.

У п'ять склянок місткістю 250 см³ вміщують по 0,5 г заліза. В чотири з них послідовно додають 2,0; 3,0; 4,0 і 5,0 см³ стандартного розчину кобальту Д. П'ята колба слугує для проведення контрольного досліджу.

У кожену склянку додають по 20 см³ суміші кислот. Після повного розчинення наважки, додають азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2-3) см³, розчин кип'ятять та випарюють до появи

ДСТУ

парів сірчаної кислоти. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 50 см³ і далі аналізування виконують, як зазначено в 8.4.2.1.

За масової частки кобальту від 0,05 до 0,5%

У сім склянок місткістю 250 см³ вміщують по 0,1 г заліза. В шість з них послідовно додають 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 і 5,0 см³ стандартного розчину кобальту Г. Шоста колба слугує для проведення контрольного дослідіду.

В кожную склянку додають по 20 см³ суміші кислот. Після повного розчинення наважки, додають азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2-3) см³, розчин кип'ятять та випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Далі аналізування виконують, як зазначено в 8.4.2.1.

За масової частки кобальту від 0,5 до 5,0%.

У сім склянок місткістю 250 см³ вміщують по 0,1 г заліза. В шість з них послідовно додають 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 і 5,0 см³ стандартного розчину кобальту Б. Сьома склянка слугує для проведення контрольного дослідіду.

У кожную склянку додають по 20 см³ суміші кислот. Після повного розчинення наважки, додають азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2-3) см³, розчин кип'ятять та випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Аліквотну частину розчину 10 см³ вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують. Далі аналізування виконують, як зазначено в 8.4.2.1.

За масової частки кобальту від 5,0 до 10,0%.

У шість склянок місткістю 250 см³ вміщують по 0,1 г заліза. В п'ять з них послідовно додають 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 і 5,0 см³ стандартного розчину кобальту А. Шоста колба слугує для проведення контрольного дослідіду.

У кожную склянку додають по 20 см³ суміші кислот і розчиняють наважки, окислюють й випарюють, як вищезазначено.

Розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Аліквотну частину розчину 5 см³ вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³. Далі аналізування виконують, як зазначено в 8.4.2.1.

За масової частки кобальту від 10,0 до 25,0%.

У вісім склянок місткістю 250 см³ вміщують по 0,1 г заліза. В сім з них послідовно додають 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 і 12,5 см³ стандартного розчину кобальту А. Восьма склянка слугує для проведення контрольного досліду.

У кожену склянку додають по 20 см³ суміші кислот і розчиняють, окислюють й випарюють, як вищезазначено.

Розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки та перемішують.

Аліквотну частину розчину 5 см³ вміщують у мірну колбу місткістю 250 см³. Далі аналізування виконують, як зазначено в 8.4.2.1.

За отриманими значеннями абсорбції та відповідними до них значеннями маси кобальту будують градувальний графік.

8.5 Опрацювання результатів

8.5.1 Масову частку кобальту X_4 , у відсотках, у разі аналізування за 8.4.1 обчислюють за формулою:

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

де m_1 —маса кобальту, знайдена за градувальним графіком, г;

m —маса наважки проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г.

8.5.2 Масову частку кобальту X_4 , у відсотках у разі аналізування за 8.4.2 обчислюють за формулою

$$X_1 = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m},$$

де C —концентрація кобальту, знайдена за градувальним графіком, г/см³;

V —об'єм (кінцевого) розведення розчину проби, см³;

m — маса наважки проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г.

9. ГРАВИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ КОБАЛЬТУ ВІД 0,50% до 25,0%

9.1. Суть методу

Метод ґрунтується на розчиненні сталі або чавуну в соляній кислоті, осадженні кобальту 1-нітрозо-2-нафталом, прожаренні осаду до оксиду кобальту та подальшому зважуванні одержаного осаду у вигляді сірчаноокислого кобальту.

Вплив заліза, алюмінію, титану, хрому та інших елементів усувають попереднім осадженням їх оксидом цинку.

9.2. Реактиви та розчини

Кислота азотна—згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1.

Кислота сірчана —згідно з чинним нормативним документом.

Кислота соляна—згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:1 та 1:4.

Кислота соляна—згідно з чинним нормативним документом і розведена 1:10, насичена сірководнем.

Кислота хлорна—згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 600 г/дм³

Кислота оцтова, крижана— згідно з чинним нормативним документом.

Амоній щавлевокислий, кристалічний — згідно з чинним нормативним документом.

Калій кислий сірчаноокислий—згідно з чинним нормативним документом.

Перексид водню—згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 30 г/дм³, свіжоприготований.

Оксид цинку—згідно з чинним нормативним документом у вигляді водної суспензії, розведеної 1:5.

1-нітрозо-2-нафтол—згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 20 г/дм³ готують так: 2 г 1-нітрозо-2-нафтол вміщують у конічну колбу місткістю 250 см³, змочують (1—2) см³ оцтової кислоти та розчиняють у 50 см³ оцтової кислоти, додаючи її безперервно перемішуючи. Потім до розчину додають 50 см³ гарячої води, енергійно збовтують протягом 5 хв і фільтрують через фільтр «біла стрічка». Розчин готують перед використанням.

Залізо сірчанокисле FeSO₄ • 7H₂O—згідно з чинним нормативним документом, розчин масовою концентрацією 100 г/дм³.

Сірководень.

9.3 Аналізування

9.3.1 Наважку аналізованої проби та об'єм соляної кислоти, розведеної 1:1, залежно від масової частки кобальту, наведеної в таблиці 7, вміщують у склянку місткістю 250 см³ та розчиняють повільно нагріваючи.

Таблиця 7

Масова частка кобальту, %	Маса наважки проби, г	Об'єм соляної кислоти, розведеної 1:1, см ³
Від 0,5 до 5,0 включ.	2	35
Понад 5,0 » 10,0	1	30
» 10,0 » 25,0	0,5	25

Після повного розчинення наважки додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину та в надлишок (2—3) см³, розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту та випарюють до об'єму (8—10) см³, додають 25 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, й знову випарюють до об'єму (8—10) см³. Розчин охолоджують, розводять водою до (130—150) см³ та переносять у мірну колбу місткістю 500 см³. Склянку ополіскують водою та приєднують до основного розчину. Об'єм розчину в колбі не повинен перевищувати 300 см³.

ДСТУ

У разі аналізування проби з масовою часткою вольфраму від 6% до 20%, пробу розчиняють у соляній кислоті об'ємом на 20 см³ більше ніж зазначено в таблиці 7. Після додавання азотної кислоти розчин нагрівають до кипіння.

У разі аналізування проби з масовою часткою хрому від 10% до 25% та вуглецю від 1% до 2%, після розчинення проби в соляній та азотній кислотах, додають 20 см³ розчину хлорної кислоти, випарюють до появи її парів, охолоджують, додають 5 см³ соляної кислоти та нагрівають до відновлення хрому. Потім додають (100—120) см³ води, 15 см³ розчину сірчаноокислого заліза й кип'ятять до розчинення солей. Надлишок сірчаноокислого заліза окислюють кількома краплями азотної кислоти.

У разі аналізування проби з масовою часткою міді, алюмінію та молібдену понад 2%, пробу розчиняють у 10 см³ азотної кислоти з розрахунку на 1 г наважки, та 5 см³ соляної кислоти. Після розчинення наважки розчин випарюють насухо, залишок розчиняють у 25 см³ соляної кислот, розведеної 1:1, розводять водою до 200 см³, кип'ятять і фільтрують через щільний фільтр «синя стрічка», який містить невелику кількість фільтропаперової маси. Фільтр нагрівають до температури 80°C та пропускають крізь нього сірководень. Виділенні сульфід міді й молібдену відфільтровують на фільтр середньої щільності «біла стрічка», який містить невелику кількість фільтропаперової маси, та промивають соляною кислотою, розведеною 1:10 та насиченою сірководнем. До фільтрату додають 10 см³ розчину пероксиду водню й випарюють до об'єму 40 см³. Розчин переносять у мірну колбу місткістю 500 см³, розводять водою до об'єму 300 см³ та перемішують.

9.3.2 Розчин, отриманий одним із способів, зазначених у 9.3.1, нагрівають до температури (70—80)°C та обережно, невеликими порціями, безперервно перемішуючи, додають суспензію оксиду цинку до утворення на дні колби білого осаду. Вміст у колбі розводять гарячою водою до 350 см³, енергійно перемішують і дають осаду відстоятися.

Вміст колби охолоджують, доливають водою до позначки та перемішують

Розчин фільтрують через сухий фільтр у суху склянку, відкидаючи першу порцію фільтрату, та відбирають 250 см³ фільтрату в склянку місткістю 800 см³. Розчин у склянці розводять водою до об'єму 400 см³, додають 15 см³ соляної кислоти, нагрівають до температури 70°C й осаджують кобальт, розчином 1-нітрозо-2-нафтола, додаючи його з розрахунку 20 см³ на кожні 0,01 г кобальту.

Розчин 1-нітрозо-2-нафтола додають повільно, безперервно перемішуючи. Далі вміст у склянці кип'ятять протягом 5 хв і залишають на 2 год за температури 60°C. Осад відфільтровують на подвійний фільтр середньої щільності, який містить невелику кількість беззольної фільтропаперової маси. Колбу, в якій осаджували, та осад на фільтрі промивають (3—6) разів холодною соляною кислотою, розведеної 1:4, а потім три рази водою.

Фільтр з осадом складають, щоб осад був добре прикритий папером і вміщують у попередньо прожарений до сталої маси та зважений фарфоровий тигель, Фільтр зверху покривають щавлевокислим амонієм і обережно висушують. Тигель накривають кришкою й, не допускаючи займання, озолюють. Потім знімають кришку та прожарюють осад за температури (750—850) °C протягом 40 хв.

Якщо масова частка нікелю в аналізованій пробі становить понад 10%, осад після прожарювання розчиняють у соляній кислоті, помірно нагріваючи, чи сплавляють з кислим сірчано-кислим калієм і вилуговують плав водою. Отриманий розчин розводять водою до (250—300) см³, та знову осаджують кобальт 1-нітрозо-2-нафтолом. Далі аналізування виконують, як зазначено вище.

До прожареного осаду оксиду кобальту в тиглі додають 5 см³ азотної кислоти та нагрівають до видалення її парів. Вміст тигля охолоджують, додають (0,5—1,0) см³ сірчаної кислоти й, обережно, нагрівають до повного видалення кислоти.

Сухий залишок прожарюють протягом кількох хвилин за температури 500°C. Вміст тигля охолоджують, додають (1—2) краплі води та знову

ДСТУ

випарюють і прожарюють, як зазначено вище, до сталої маси. Тигель охолоджують в екзикаторі та зважують.

Одночасно з аналізуванням виконують контрольний дослід на забруднення реактивів.

9.4 Опрацювання результатів

9.4.1 Масову частку кобальту X_5 , у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,3804 \cdot 100}{m},$$

де m_1 —маса осаду сірчаноокислого кобальту, г;

0,3804—коефіцієнт перерахунку сірчаноокислого кобальту на кобальт;

m —маса наважки проби, яка відповідає аліквотній частині розчину, г.

10 НОРМИ ТОЧНОСТІ

Норми точності й нормативи контролю точності визначення масової частки кобальту наведено в таблиці 8.

Таблиця 8

У відсотках

Масова частка кобальту	Границя допустимої похибки результатів аналізування, Δ	Допустима розбіжність							
		двох середніх результатів аналізування, виконаних у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень, d_2	трьох паралельних визначень, d_3	результатів аналізування стандартного зразка від атестованого значення, δ				
Від 0,0005 до 0,0010	включ	0,000 24	0,000 30	0,000 25	0,000 30	0,000 16			
Понад 0,001	»	0,002	»	0,000 4	0,000 5	0,000 3			
» 0,002	»	0,005	»	0,000 8	0,001 0	0,000 8	0,001 0	0,001 0	0,001 0
» 0,005	»	0,010	»	0,001 6	0,002 0	0,001 6	0,002 0	0,002 0	0,001 0
» 0,01	»	0,02	»	0,002 6	0,003 3	0,002 7	0,003 4	0,003 4	0,001 7
» 0,02	»	0,05	»	0,005	0,006	0,005	0,006	0,006	0,003
» 0,05	»	0,10	»	0,008	0,010	0,008	0,010	0,010	0,005
» 0,1	»	0,2	»	0,016	0,020	0,016	0,020	0,020	0,010

»	0,2	»	0,5	»	0,024	0,030	0,025	0,031	0,016
»	0,5	»	1,0	»	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
»	1,0	»	2,0	»	0,05	0,07	0,06	0,07	0,04
»	2,0	»	5,0	»	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05
»	5,0	»	10,0	»	0,12	0,15	0,12	0,15	0,08
»	10,0	»	25,0	»	0,16	0,20	0,16	0,20	0,10

10 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

До вимірювання з устаткуванням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювання, інструкцію щодо експлуатації устаткування та правила експлуатування електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і яких допущено до роботи в встановленому на підприємстві (в організації) порядку.

11 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

11.1 Під час аналізування треба дотримуватись вимог щодо безпеки, викладених в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях і розроблених згідно ДСТУ 7237 та іншими чинними нормативними документами.

11.2 Під час вимірювання на атомно-абсорбційному спектрофотометрі потрібно звернути особливу увагу на:

- вибухонебезпечність ацетилену;
- необхідність захисту очей оператора від ультрафіолетового випромінювання кольоровим склом;
- заповнення гідрозатвора водою.

Після закінчення роботи необхідно ретельно промити водою систему подавання й розпилювання розчину та головку пальника, оскільки забруднений солями пальник може спричинити проскакування полум'я в середину пальника.

ЗАСТОРОГА! Особливо важливо пам'ятати про вибухонебезпечність парів хлорної кислоти в присутності аміаку, сполук азоту та будь-яких органічних сполук.

Застосування устаткування для прожарювання та сплавлення проб створює можливість пожежі та опіків. Враховуючи зазначене

ДСТУ

вище, треба користуватися придатними щипцями та контейнерами для використання тиглів.

Код згідно з ДК 004: 77.080.01

Ключові слова: аналізування, гравіметричний метод, масова частка, градувальний графік, кобальт, наважка, похибка, розчин, сталь, титрування, фотометричний, чавун.

**Генеральний директор
ДП «УкрНТЦ «Енергосталь»**

Д.В. Сталінський

**Керівник розробки,
заст. голови ТК 3,
провідний науковий
співробітник
ДП «УкрНТЦ «Енергосталь»**

Н.М. Гриценко