

ГОСТ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

12353—78*

Методы определения кобальта

(СТ СЭВ 1506—79)

Alloyed and high alloyed steels
Methods of cobalt determinationВзамен
ГОСТ 12353—66,
кроме общих указаний

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 ноября 1978 г. № 3081 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 15.08.84 № 2877 срок действия продлен

до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения кобальта (при массовых долях от 0,0005 до 3,0%), атомно-абсорбционный метод определения кобальта (при массовых долях от 0,005 до 25,0%), метод потенциометрического титрования (при массовых долях от 2,0 до 20,0%) и гравиметрический метод определения кобальта (при массовых долях от 0,5 до 25,0%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1506—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Общие требования к методам анализа—по ГОСТ 20560—75 и СТ СЭВ 487—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА (0,0005—0,10%)

2.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет внутрикомплексного соединения кобальта (III) с нитрозо-Р-солью. Светопоглощение раствора измеряют при $\lambda = 415$ нм.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание март 1986 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1983 г., Пост № 276 от 20.01.83 (ИУС 5—83 г.)

Вольфрам, ниобий, кремний и титан отделяют кислотным гидролизом.

Кобальт предварительно отделяют от основных компонентов стали из 9 н. солянокислого раствора на сильноосновном анионите.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

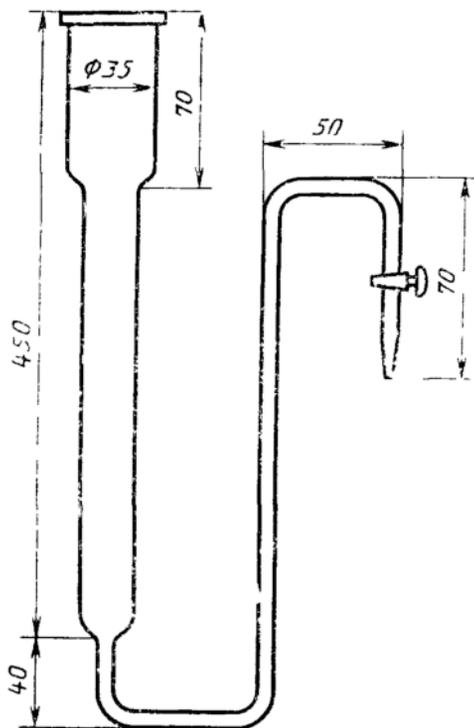
Спектрофотометр, спектрофотокolorиметр или фотоэлектрокolorиметр.

Хроматографическая колонка диаметром 1,5—2 см (см. чертёж) заполненная анионитом с высотой слоя 30—35 см.

Сильноосновной анионит типа АВ-17—8чС по ГОСТ 20301—74.

Подготовка анионита к анализу.

100—150 см³ товарного анионита (выпускается в виде взвеси в воде) промывают дважды водой способом декантации. Для отделения фракции смолы с размером зерна менее 0,6 мм взвесь смолы в воде выливают на сито с сеткой № 063 по ГОСТ 6613—73 и промывают струей воды, собирая прошедшую сквозь сито фракцию анионита вместе с водой в сосуд вместимостью 2—3 дм³. Оставшуюся на сите смолу отбрасывают. Фракцию анионита,



та, прошедшую сквозь сито, дважды промывают соляной кислотой 1:30 способом декантации, затем соляной кислотой 1:1 до отсутствия ионов железа (проба роданистым аммонием) и водой 4—5 раз. Смолу обрабатывают 5%-ным раствором гидроксида натрия до отрицательной реакции на хлорид-ионы (проба азотнокислым серебром), а затем водой до нейтральной реакции по универсальному индикатору и переносят в колонку, в нижней части которой предварительно помещают тампон из стеклянной ваты. Слой анионита в колонке должен быть ровным без пузырьков воздуха. После заполнения колонки через нее со скоростью 1 мл/мин пропускают вначале 120—150 см³ соляной кислоты 1:30, затем 120—150 см³ соляной кислоты 1:2 и 100 см³ воды.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77, 9 н., 0,5 н. и разбавленная 1:1, 1:2, 1:30, 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80 и разбавленная 1:50.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 50%-ный раствор.

Натрий гидросульфид по ГОСТ 4328—77, 5%-ный раствор.

Нитрозо-Р-соль (динатриевая соль 1-нитрозо-2-нафтол-3, 6 дисульфокислоты) по ГОСТ 10553—75, 0,1%-ный раствор.

Аммоний роданистый, 5%-ный раствор.

Железо карбонильное, особой чистоты.

Кобальт металлический, марки К0.

Кобальт хлористый, стандартные растворы А и Б.

Раствор А. 0,1 г металлического кобальта помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют при нагревании в 100 см³ соляной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,1 мг кобальта.

Раствор Б, свежеприготовленный. 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

Индикатор универсальный, бумага.

2.3. Проведение анализа

Навеску стали в зависимости от массовой доли кобальта (табл.1) помещают в колбу или стакан вместимостью 200—300 см³, приливают 30 см³ соляной и 10 см³ азотной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до растворения навески.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Масса навески, г	Разбавление, см ³	Аликвотная часть, см ³
От 0,0005 до 0,002	1	—	—
Св. 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

Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 5 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. К раствору приливают 50 см³ горячей воды, нагревают до 80—90°C, отфильтровывают выпавший осадок вольфрамовой, кремневой, ниобиевой и титановой кислот на два фильтра «белая лента» и промывают 6—7 раз горячей соляной кислотой (1:100).

Фильтр с осадком отбрасывают, а фильтрат выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20 см³ 9 н. соляной кислоты, нагревают до растворения солей и охлаждают.

Хроматографическую колонку промывают 50 см³ 9 н. соляной кислоты. Анализируемый раствор пропускают через колонку со скоростью 1—1,5 мл/мин. Когда уровень раствора в колонке будет на 1—2 см выше слоя смолы, ополаскивают стакан 5—6 см³ 9 н. соляной кислоты и переносят промывную жидкость в колонку. Повторяют эту операцию еще 3 раза и обмывают верхнюю часть колонки 2—3 раза 5—6 см³ 9 н. соляной кислоты, каждый раз следя за тем, чтобы уровень раствора в колонке не опускался ниже 1—2 см над слоем смолы. Пропускают через колонку еще 100 см³ 9 н. соляной кислоты. Фильтрат отбрасывают.

Кобальт десорбируют 60—70 см³ раствора соляной кислоты 1:2 со скоростью 1—1,5 мл/мин, собирая элюат в стакан вместимостью 300 см³.

Для подготовки смолы к последующим определениям кобальта хроматографическую колонку промывают 100 см³ 0,5 н. соляной кислоты, затем 250—300 см³ воды до нейтральной реакции по универсальному индикатору. Промывную жидкость отбрасывают.

При содержании кобальта от 0,0005 до 0,002% элюат выпаривают до 5—10 см³, приливают несколько капель азотной кислоты и выпаривают до влажных солей. При массовой доле кобальта свыше 0,002% элюат выпаривают до объема 30—35 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают несколько капель азотной кислоты и выпаривают до влажных солей.

В обоих случаях к остатку приливают 5 см³ ортофосфорной кислоты 1:50, 1 см³ 0,1%-ного раствора нитрозо-Р-соли, 2 см³ 50% ного раствора уксуснокислого натрия, перемешивают и выдерживают раствор на кипящей водяной бане в течение 3 мин. Затем к раствору приливают 0,75 см³ соляной кислоты, перемешивают и вновь выдерживают на водяной бане в течение 2 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или спектрофотокориметре при $\lambda=415$ нм или на фотозлектрокориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 400 до 500 нм, в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.