

Cộng hòa xã hội  
chủ nghĩa Việt nam

Ủy ban Khoa học và  
kỹ thuật nhà nước

Cục Tiêu chuẩn

## GANG THÉP

Phương pháp phân tích hóa học  
Xác định hàm lượng coban

TCVN  
1816 - 76

Nhóm B

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích để xác định hàm lượng coban:

a) Từ 0,05 đến 3% theo phương pháp so màu với muối nitrozo - R,

b) Trên 0,5% theo phương pháp khối lượng với 1 nitrozo - 2 naftola.

### 1. QUY ĐỊNH CHUNG

Theo TCVN 1811 - 76

### 2. PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

#### 2.1. Nguyên tắc

Trong môi trường axetat, coban tạo hợp chất nội phức với muối nitrozo - R có màu đỏ sáng. Dựa vào mật độ quang của phức chất, tính hàm lượng coban chứa trong mẫu.

#### 2.2. Thiết bị và hóa chất

Máy so màu quang điện và các phụ tùng kèm theo.

Axit clohidric ( $d = 1,19$ );

Axit nitric ( $d = 1,40$ ) và ( $d = 1,20$ );

Axit sunfuric ( $d = 1,84$ );

Axit photphoric ( $d = 1,70$ );

Hỗn hợp axit để hòa tan mẫu: rót 150 ml axit sunfuric ( $d = 1,84$ ) và 165 ml axit photphoric ( $d = 1,70$ ) vào 500 ml nước; lắc kỹ; để nguội; thêm nước đến 1 l; lắc mạnh;

Axit pecloric, dung dịch 60%;

Phòng thí nghiệm trung  
tâm công ty gang thép  
Thái nguyên biên soạn

Ủy ban khoa học và  
kỹ thuật Nhà nước  
đuyệt y ngày 11-11-1976

Có hiệu lực  
từ 1-1-1978

Natri axetat, dung dịch 50%.

Muối nitrozo - R, dung dịch 2 g/l, cách chuẩn bị như sau: hòa tan 2 g muối nitrozo - R vào 800 ml nước nóng trong bình định mức dung tích 1 lít. Làm lạnh; pha loãng bằng nước đến vạch, lắc kỹ (chỉ dùng dung dịch mới pha).

Dung dịch coban tiêu chuẩn:

Dung dịch A: hòa tan 1,273 g coban (II) oxit dạng bột bằng 25 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ) trong cốc dung tích 150 ml, đun đến tan hoàn toàn. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm nước đến vạch, lắc kỹ. 1 ml dung dịch chứa 1 mg coban (II).

Dung dịch B: từ dung dịch tiêu chuẩn A lấy ra 10 ml cho vào bình định mức dung tích 500 ml; thêm nước đến vạch, lắc kỹ. 1 ml dung dịch chứa 0,02 mg coban (II)

### 2.3. Cách tiến hành

#### 2.3.1. Hòa tan mẫu

##### 2.3.1.1. Đối với gang thép thường

Cân 0,5 g mẫu vào cốc dung tích 150 ml. Đun nóng để hòa tan mẫu trong 10 ml hỗn hợp axit. Sau khi mẫu tan hoàn toàn, axit hóa dung dịch bằng vài giọt axit nitric ( $d = 1,40$ ), bốc hơi đến xuất hiện khói trắng của axit sunfuric. Làm lạnh; pha loãng dung dịch bằng nước đến khoảng 50 ml. Nếu trong dung dịch có kết tủa (cacbua, axit silic), thì lọc qua giấy lọc chảy nhanh. Thu dung dịch lọc vào bình định mức dung tích 100 ml; pha loãng bằng nước đến vạch, lắc đều.

##### 2.3.1.2. Đối với thép hợp kim

Hòa tan 0,5 g mẫu vào 10 ml axit clohydric; đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Đun nóng từ từ, không gián đoạn. Sau đó, thêm từng lượng nhỏ axit nitric ( $d = 1,40$ ) đến ngừng phản ứng; cho dư 2 - 3 ml. Tiếp tục đun nóng để đuổi nito oxit và hòa tan hoàn toàn mẫu. (Đối với thép hợp kim cao, phải thêm 10 - 15 ml axit sunfuric hoặc axit pecloric và đun đến xuất hiện hơi của các axit này). Thêm axit clohidric và pha loãng bằng nước nóng, đun tiếp đến tan muối. Lọc dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, pha nước đến vạch, lắc đều.

#### 2.3.2. Tiến hành phân tích

Từ dung dịch thu được ở các phần trên, lấy ra 5 ml cho vào bình định mức dung tích 50 ml. Thêm vào đó 8 ml natri

axetat 50% ; 5 ml muối nitrozo - R. Đun sôi trên bếp cách thủy. Thêm axit nitric ( $d = 1,20$ ) đến trong; thêm tiếp 3 ml; pha loãng bằng nước đến vạch; lắc đều.

Dung dịch so sánh: cũng tiến hành qua tất cả các bước như trên nhưng không thêm muối nitrozo - R.

Đo mật độ quang trên máy so màu với kính lọc xanh có vùng truyền sóng ở 530 nm trong cuvet có chiều dày thích hợp.

#### 2.4. Xây dựng đường chuẩn

Cho vào 5 bình định mức dung tích 50 ml lần lượt 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 ml dung dịch coban tiêu chuẩn B. Thêm vào đó 8 ml natri axetat 50% ; 5 ml muối nitrozo - R; đun sôi cách thủy. Sau đó thêm 3 ml axit nitric ( $d = 1,20$ ), lại đun sôi cách thủy như trên 1,5 - 2 phút. Làm lạnh dưới vòi nước chảy, thêm nước đến vạch, lắc đều. Tiếp tục như phần 2.3.2... Từ hàm lượng coban và mật độ quang tương ứng vẽ đường chuẩn.

Hàm lượng coban chứa trong mẫu tìm theo đường chuẩn.

### 3. PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG

#### 3.1. Nguyên tắc

Tách coban khỏi các nguyên tố khác bằng kẽm oxit. Kết tủa coban bằng 1 nitrozo - 2 naftola trong môi trường axit yếu. Lọc, rửa, sấy, nung và chuyển coban vào kết tủa coban sunfat, cân.

#### 3.2. Hóa chất

Axit clohidric ( $d = 1,19$ ), dung dịch (1 : 1); (1 : 4);

Axit nitric ( $d = 1,40$ );

Axit sunfuric, ( $d = 1,84$ ); dung dịch (1 : 1);

Axit pecloric, dung dịch 60%;

Kẽm oxit, dạng huyền phù (1 : 5);

1 nitrozo - 2 naftola, dung dịch 20 g/l, môi pha: hòa tan 2 g 1 nitrozo - 2 naftola trong 50 ml axit axetic; thêm 50 ml nước nóng; lắc kỹ; lọc;

Amoni oxalat, tinh thể.

### 3.3. Cách tiến hành

Lấy lượng cân mẫu và lượng axit clohidric (1:1) theo bảng 1:

Bảng 1

Hàm lượng coban, %	Lượng cân mẫu, g	Lượng axit clohidric (1:1), ml
Từ 0,5 đến 5,0	2	35
» 5,0 » 10,0	1	30
Trên 10,0	0,5	25

Cho vào cốc dung tích 300 – 400 ml. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ, đun nhẹ liên tục. Không tắt lửa, thêm axit nitric ( $d = 1,40$ ) đến ngừng sủi bọt, cho dư 5 – 10 ml; đun tiếp để đuổi nitơ oxit đến còn khoảng 15 ml. (Đối với các mẫu khó tan, cho thêm 10 – 15 ml axit pecloric; đun đến khi bốc hơi. Sau đó, pha loãng lượng chứa trong cốc bằng axit clohidric (1; 1) và nước nóng. Để lắng và lọc tách loại axit silic. Thề tích dung dịch lọc thu được và nước rửa cốc khoảng 300 ml được chuyển sang bình định mức dung tích 500 ml, đun nóng đến 70 – 80°C. Rót vào đó từng lượng nhỏ huyền phù kẽm oxit (lắc mạnh mỗi lần rót) đến khi lượng dư huyền phù đọng ở đáy bình trong dạng kết tủa trắng nhẹ (lượng kẽm oxit dư không lớn hơn 0,5 g). để yên vài phút để các hydroxyt kim loại lắng xuống; pha loãng bằng nước đến vạch, lắc đều.

Lọc dung dịch qua giấy lọc khô vào cốc khô. Lấy ra 250 ml dung dịch lọc, cho vào cốc dung tích 600 – 800 ml. Pha loãng bằng nước đến 300 – 400 ml; thêm 15 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ). Đun dung dịch đến 70°C và tiến hành kết tủa coban theo tỷ lệ khoảng 20 ml 1 nitrozo – 2 naftola cho 0,01 g coban, khuấy đều khi rót thuốc thử. Đun sôi dung dịch trong 5 phút và để lắng ở nhiệt độ 60°C khoảng 2 giờ. Lọc qua giấy lọc định lượng chảy chậm có chứa một lượng nhỏ giấy lọc vụn. Rửa kết tủa 3 – 6 lần bằng axit clohidric (1:4); và 3 lần bằng nước nóng 70 – 80°C. Gấp giấy lọc và kết tủa lại, cho vào

chén platin đã cân trước, rải lên trên một ít amoni oxalat, sấy trong tủ sấy. Đây nắp chén và tro hóa trong lò điện ở 750 – 800°C trong 40 phút.

Trường hợp mẫu chứa lượng niken lớn hơn 10%, tiến hành kết tủa lại bằng cách hòa tan kết tủa trong chén vào axit clohidric ( $d = 1,19$ ); đun nhẹ liên tục. Chuyển dung dịch vào cốc; pha loãng bằng nước đến khoảng 300 ml. Kết tủa coban lần thứ hai bằng 1 nitrozo – 2 naftola như đã tiến hành ở trên.

Tâm ướt kết tủa nhận được bằng 5 ml axit nitric. Đun cẩn thận để tách loại lượng dư axit. Để nguội chén; thêm 1 – 3 ml axit sunfuric (1:1); đun tiếp để đuổi hoàn toàn axit sunfuric. Phần còn lại trong chén nung ở nhiệt độ 500°C trong vài phút. Lại làm lạnh, tâm ướt bằng vài giọt nước và bốc hơi tiếp như trên đến khối lượng không đổi. Để nguội trong bình hút ẩm, cân.

#### 3.4. Cách tính kết quả

Hàm lượng coban trong mẫu (Co) tính bằng (%), theo công thức:

$$Co = \frac{[(G_1 - G_2) - (G_3 - G_4)] \cdot 0,3804}{G} \cdot 100,$$

trong đó:

$G_1$  – khối lượng chén và kết tủa của mẫu thí nghiệm, tính bằng g;

$G_2$  – khối lượng chén của mẫu thí nghiệm, tính bằng g;

$G_3$  – khối lượng chén và kết tủa của mẫu trắng, tính bằng g;

$G_4$  – khối lượng chén của mẫu trắng, tính bằng g;

G – khối lượng mẫu tương ứng với phần dung dịch đem phân tích, tính bằng g;

0,3804 – hệ số chuyển từ coban sunfat sang coban.

#### 4. XỬ LÝ KẾT QUẢ

Chênh lệch giữa các kết quả xác định song song không được lớn hơn giá trị chênh lệch cho phép nêu ở bảng 2. Nếu

lớn hơn phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

Bảng 2

Hàm lượng coban, %	Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 0,05 đến 0,10	0,02
» 0,10 » 0,50	0,04
» 0,50 » 2,00	0,10
» 2,00 » 5,00	0,20
» 5,00 » 10,00	0,30
Trên 10,00	0,40

## DÍNH CHÍNH GANG THÉP

Trang	dòng, cột, ô	In sai	Sửa lại
5	dòng 4 đl	Axit sunfuric ( $d=1,84$ )	(bổ ãi)
8	dòng 17	Axit nitric	Axit nitric
26	dòng 11	xiriconic	xiriconi
33	dòng 20 đl	bổc hơi.	bổc hơi).
47	dòng 2	dung dịch nhầy trong	dung dịch chảy trong