26628-85
Изм. 1+

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

ГОСТ 26628—85

Издание официальное

3

Цена 5 коп.

К

ЗЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. Л. Плинер, Л. В. Камаева, Н. А. Зобнина

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1985 г. № 3296

УДК 622.341.1 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения кобальта

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Methods of cobalt determination

ГОСТ 26628—85

ОКСТУ 0700

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1985 г. № 3296 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает методы определения кобальта: фотометрический при массовой доле от 0,001 до 1% и атомно-абсорбционный — при массовой доле от 0,005 до 1%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23581.0—80.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода заключается в образовании окрашенного в красный цвет внутрикомплексного соединения кобальта (III) с нитрозо-Р-солью в уксуснокислой среде (pH 5—8) после отделения мешающих элементов окисью цинка или на фоне сопутствующих элементов в присутствии лимонной и фосфорной кислот. Влияние остаточного железа, никеля, меди устраняют кипячением с азотной кислотой.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Печь муфельная с терморегулятором.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1986

Железо карбонильное (99,99%).

Железа окись (ос. ч.).

Кобальт металлический по ГОСТ 123—78 (не менее 99,9%).

Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525—77.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1 : 1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

1-нитрозо-2 нафтол по ГОСТ 7756—73, раствор 20 г/дм³.

1 г 1-нитрозо-2 нафтола растворяют в 25 см³ уксусной кислоты, прибавляют 25 см³ воды, перемешивают и через 1 ч фильтруют в сухую колбу через сухой фильтр; раствор готовят перед употреблением.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 400 г/дм³.

Окись цинка по ГОСТ 10262—73, суспензия 100 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/дм³.

Нитрозо-Р-соль по ГОСТ 10553—75, раствор 1 г/дм³.

Стандартные растворы кобальта:

раствор А: 1,0000 г металлического кобальта помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, 10 см³ азотной кислоты, нагревают до полного растворения, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают до влажных солей. Приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Эту операцию повторяют дважды. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты при нагревании, приливают 50—70 см³ воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор кобальта из кобальта хлористого 6-водного готовят следующим образом: 4,0373 г хлористого кобальта растворяют в 100 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг кобальта.

Массовую концентрацию стандартного раствора кобальта, приготовленного из хлористого кобальта, устанавливают гравиметрическим методом: в стакан вместимостью 300—400 см³ помещают 20 см³ стандартного раствора кобальта А, прибавляют 1—2 см³ соляной кислоты, приливают 40 см³ раствора 1-нитрозо-2-нафтола, выдерживают на водяной бане (70—80°С) в течение 2 ч, затем отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности, промывают осадок холодной водой, затем соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, снова холодной водой и, наконец, горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный при 800°С и взвешенный платиновый тигель, высушивают, осто-

рожно озоляют и прокаливают при 750—800°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Массовую концентрацию (C) стандартного раствора кобальта в мг/см³ вычисляют по формуле

$$C=\frac{(m_1-m_2)\cdot 0{,}7342\cdot 1000}{20},$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля, г;

0,7342 — коэффициент пересчета содержания окиси кобальта на кобальт;

раствор Б: 50 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 10 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кобальта;

раствор В: 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 0,01 мг кобальта. Раствор готовят перед употреблением.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Определение кобальта от 0,001 до 1,0% после отделения сопутствующих элементов окисью цинка*

2.3.1.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, растворяют в 30 см³ соляной кислоты, после растворения большей части навески приливают 10 см³ азотной кислоты и кипятят под стеклом до прекращения выделения окислов азота, добавляют 1 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, для предотвращения осаждения титана и раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Обработку сухого остатка соляной кислотой проводят дважды. Соли растворяют в 5 см³ соляной кислоты, приливают 40—50 см³ горячей воды, раствор доводят до кипения и фильтруют через фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы. Фильтр с остатком промывают 5—6 раз соляной кислотой, разбавленной 1 : 50, затем горячей водой до исчезновения желтой окраски фильтра. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

2.3.1.2. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 600—700°С. Остаток смачивают 1—2 каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток сплавляют с 2 г пиросернокислого калия при 650—700°С, после охлаждения плав выщелачивают в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 50, и полученный раствор присоединяют к основному раствору. Если нерастворимый остаток не содержит

соединений кобальта, операцию, указанную в п. 2.3.1.2, не производят.

2.3.1.3. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³ (объем раствора в колбе не должен превышать 100 см³). К нагретому до 60—80°С раствору приливают небольшими порциями по 5—10 см³ суспензию окиси цинка до полной коагуляции осадка полуторных окислов. После прибавления каждой порции суспензии раствор энергично перемешивают. Следует избегать прибавления большого избытка окиси цинка; раствор над осадком должен быть прозрачным или иметь незначительную белую взвесь окиси цинка. После окончания осаждения раствор охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу через сухой фильтр средней плотности, отбрасывая первые порции фильтрата.

Примечание. Растворы, полученные по п. 2.3.1.3, могут быть использованы для определения кобальта атомно-абсорбционным методом.

2.3.1.4. От раствора, полученного по п. 2.3.1.3, отбирают аликвоту в соответствии с табл. 1 в стакан вместимостью 100—200 см³, добавляют 0,4 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 4, раствор, если необходимо, выпаривают до 10—15 см³, приливают 3 см³ раствора уксуснокислого натрия (pH полученного раствора ~6), нагревают до кипения и кипятят 1 мин. Затем приливают (из пипетки или бюретки) при перемешивании 10 см³ раствора нитролор-Р-соли, закрывают часовым стеклом и кипятят 2—3 мин. В кипящий раствор приливают 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и продолжают нагревать на плите в течение 1—2 мин или выдерживают на водяной бане (70—80°С) в течение 10 мин.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Аликвота, см³	Масса кобальта в аликвоте, мг
0,001—0,01	100	0,004—0,04
0,01—0,05	50	0,02—0,1
0,05—0,1	20	0,04—0,08
0,1—0,2	10	0,04—0,08
0,2—0,5	5	0,04—0,1
0,5—1,0	5(2)	0,1—0,2 (0,04—0,08)

Полученный раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 500—540 нм, или на спектрофотометре при длине волны 530 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Для внесения поправки на содержание кобальта в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят содержание кобальта по градуировочному графику или методом сравнения.

2.3.1.5. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 300—400 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или окиси железа и переменные количества от 1 до 10 см³ стандартного раствора кобальта в соответствии с предполагаемым содержанием кобальта в пробе и далее операции проводят через все стадии анализа. В диапазоне от 0,001 до 0,01% кобальта используют стандартный раствор В, от 0,01 до 0,1% — раствор Б и от 0,1 до 1,0% — раствор А.

Контрольный опыт для градуировочного графика проводят, как указано в п. 2.3.1.5, без добавления стандартного раствора кобальта.

Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют по отношению к раствору контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика и соответствующим им содержаниям кобальта строят градуировочный график.

2.3.1.6. Для приготовления раствора сравнения в три стакана вместимостью по 300—400 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или окиси железа, стандартный раствор кобальта А, Б или В в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию кобальта, и далее операции проводят через все стадии анализа.

Контрольный опыт для раствора сравнения проводят, как указано в п. 2.3.1.6, без добавления стандартного раствора кобальта.

Оптическую плотность раствора сравнения измеряют по отношению к раствору контрольного опыта.

2.3.2. *Определение кобальта от 0,01 до 1,0% на фоне сопутствующих элементов*

2.3.2.1. Масса навески пробы в зависимости от содержания кобальта указана в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	Масса навески, г	Разбавление, см³	Аликвота, см³	Масса кобальта в аликвоте, мг
0,01—0,05	1,0	100	10	0,01 —0,05
0,05—0,1	0,5	100	10	0,025—0,05
0,01—0,2	0,5	100	5	0,025—0,05
0,2—0,5	0,25	250	10	0,020—0,05
0,5—1,0	0,25	250	5	0,025—0,05

Разложение пробы проводят в соответствии с пп. 2.3.1.1—2.3.1.2.

2.3.2.2. Раствор при необходимости выпаривают, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см³ в соответствии с табл. 2, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.3.2.3. От полученного раствора отбирают две одинаковые аликвоты, помещают в стаканы вместимостью 100—200 см³, приливают по 1 см³ фосфорной кислоты, разбавленной 1 : 1, затем по 5 см³ раствора лимонной кислоты и по 10 см³ раствора уксуснокислого натрия (pH полученного раствора~6). После добавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают и выдерживают 2—3 мин.

К одному из растворов приливают (из пипетки или бюретки) при перемешивании 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли, закрывают часовым стеклом и кипятят 5—6 мин, снимают с плиты и выдерживают 5—10 мин. Затем к раствору прилнвают 5 см³ азотной кислоты и нагревают на водяной бане (70—80°С) в течение 10 мин или кипятят на плите 2 мин. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Второй раствор после прибавления раствора уксуснокислого натрия кипятят 5—6 мин, снимают с плиты, выдерживают 5—10 мин и приливают 5 см³ азотной кислоты. Затем приливают (из пипетки или бюретки) 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли и выдерживают 10 мин на водяной бане (70—80°С) или кипятят на плите 2 мин. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают (фоновый раствор).

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 500—540 нм или спектрофотометре при длине волны 530 нм. В качестве раствора сравнения используют фоновый раствор.

Для внесения поправки на содержание кобальта в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт, для изме-

рения оптической плотности которого используют свой фоновый раствор, который готовят также, как фоновый раствор пробы.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят содержание кобальта по градуировочному графику или методом сравнения.

2.3.2.4. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью по 100—200 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора кобальта В, что соответствует 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050; 0,060 мг кобальта, прибавляют по 1 см³ фосфорной кислоты, разбавленной 1 : 1, перемешивают, приливают по 5 см³ раствора лимонной кислоты, снова перемешивают, прибавляют по 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и продолжают определение в соответствии с п. 2.3.2.3.

Контрольный опыт для градуировочного графика проводят, как указано выше, без добавления стандартного раствора кобальта. Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют, используя в качестве раствора сравнения раствор контрольного опыта.

По найденным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика и соответствующим им содержаниям кобальта строят градуировочный график.

2.3.2.5. Для приготовления раствора сравнения в три стакана вместимостью по 100—200 см³ помещают стандартный раствор кобальта В в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию кобальта в пробе, прибавляют по 1 см³ фосфорной кислоты, разбавленной 1 : 1, перемешивают, приливают по 5 см³ раствора лимонной кислоты, снова перемешивают, прибавляют по 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и продолжают определение в соответствии с п. 2.3.2.3.

Контрольный опыт для раствора сравнения получают, как указано выше, без добавления стандартного раствора кобальта. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к раствору контрольного опыта.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю кобальта (X) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot D \cdot 100}{m \cdot D_{ст} \cdot 1000} \cdot K,$$

где m_1 — масса кобальта в стандартном растворе сравнения, мг;

D — оптическая плотность анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта;

m — масса навески, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

$D_{ст}$ — оптическая плотность стандартного раствора сравнения;

K — коэффициент пересчета содержания кобальта на содержание его в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K=\frac{100}{100-W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

2.4.2. Массовую долю кобальта (X_1) в процентах при использовании градуировочного графика вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{m_2\cdot 100}{m\cdot 1000}\cdot K,$$

где m_2 — масса кобальта, найденная по градуировочному графику, мг.

2.4.3. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля кобальта, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,002 включ.	0,0006
Св. 0,002 » 0,005 »	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002
» 0,01 » 0,02 »	0,003
» 0,02 » 0,05 »	0,004
» 0,05 » 0,1 »	0,005
» 0,1 » 0,2 »	0,015
» 0,2 » 0,5 »	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,05

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода заключается в измерении атомного поглощения кобальта в пламени воздух—ацетилен при длине волны 240,7 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для кобальта.

Печь муфельная с терморегулятором.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75.

Железо карбонильное (99,99%).

Кобальт металлический по ГОСТ 123—78 (не менее 99,9%).
Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525—77.
Окись лантана.
Лантан хлористый 7-водный.
Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 50.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Лантан, раствор 100 г/дм³: 29,25 г окиси лантана или 66,84 г 7-водного хлористого лантана растворяют в 50 см³ соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,1 г лантана.

Стандартные растворы кобальта:

раствор А: 1,0000 г металлического кобальта помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, 10 см³ азотной кислоты, нагревают до полного растворения навески, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают до влажных солей. Приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Эту операцию повторяют дважды. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты при нагревании, приливают 50—70 см³ воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор кобальта из 6-водного хлористого кобальта готовят следующим образом: 4,0373 г хлористого кобальта растворяют в 100 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг кобальта. Массовую концентрацию стандартного раствора кобальта, приготовленного из хлористого кобальта, устанавливают гравиметрическим методом, как указано в п. 2.2;

раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг кобальта.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, растворяют в 30 см³ соляной кислоты, после растворения большей части навески приливают 10 см³ азотной кислоты и кипятят под стеклом до прекращения выделения окислов азота. Затем раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Обработку сухого остатка соляной кислотой проводят дважды, соли растворяют в 5 см³ соляной кислоты, приливают 40—50 см³ горячей воды, раствор доводят до кипения и фильтруют через фильтр

средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы. Фильтр с остатком промывают 5—6 раз соляной кислотой, разбавленной 1 : 50, затем горячей водой до исчезновения желтой окраски фильтра. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

3.3.2. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 600—700°С. Остаток смачивают 1—2 каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток сплавляют с 2 г пиросернокислого калия при 650—700°С. После охлаждения плав выщелачивают в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 50, и полученный раствор присоединяют к основному раствору.

Если нерастворимый остаток не содержит соединений кобальта, то операцию, указанную выше, не проводят.

3.3.3. Раствор, полученный по п. 3.3.1 или 3.3.2, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Отбирают аликвоту раствора в соответствии с табл. 4 в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 2,5 см³ раствора лантана, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 4

Массовая доля кобальта, %	Аликвота, см³	Масса кобальта в растворе для измерения абсорбции, мг
0,005—0,1	—	0,05—1,0
0,1—0,2	25	0,25—0,5
0,2—0,5	10	0,2—0,5
0,5—1,0	5	0,25—0,5

Если для измерения атомной абсорбции кобальта используют в соответствии с табл. 4 раствор без аликвотирования, после переведения раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³ приливают 5 см³ раствора лантана, доливают до метки водой и перемешивают. При необходимости раствор также фильтруют.

Полученный раствор вводят в пламя ацетилен—воздух атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию кобальта при длине волны 240,7 нм.

Абсорбцию каждого раствора измеряют не менее двух раз и для расчета берут среднее из полученных значений. При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

Для приготовления раствора контрольного опыта навеску карбонильного железа или окиси железа в соответствии с содержанием железа в анализируемой пробе помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, прибавляют 30 см³ соляной кислоты и проводят через все стадии анализа в соответствии с пп. 3.3.1—3.3.3.

По найденному значению атомной абсорбции анализируемого раствора за вычетом абсорбции раствора контрольного опыта находят содержание кобальта методом сравнения.

3.3.4. Для приготовления раствора сравнения в три стакана вместимостью по 300—400 см³ помещают навески карбонильного железа или окиси железа в соответствии с содержанием железа в анализируемой пробе, стандартный раствор кобальта А или Б в соответствии с предполагаемым содержанием кобальта в анализируемой пробе, прибавляют 30 см³ соляной кислоты и далее операции проводят через все стадии анализа в соответствии с пп. 3.3.1—3.3.3.

Контрольный опыт для раствора сравнения проводят, как указано выше, без добавления стандартного раствора кобальта.

Примечания:

1. Поскольку применяемые приборы обладают различной чувствительностью, массу кобальта в растворе сравнения и растворах для измерения атомной абсорбции необходимо считать рекомендуемой.

2. Растворы, полученные по п. 3.2.1 или 3.2.2, могут быть использованы для определения никеля атомно-абсорбционным методом по ГОСТ 23581.22—81.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю кобальта (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_{ст} \cdot 1000} \cdot K,$$

где m_1 — масса кобальта в стандартном растворе сравнения, мг;

A — абсорбция раствора анализируемой пробы за вычетом абсорбции контрольного опыта;

m — масса навески в растворе для измерения абсорбции, г;

$A_{ст}$ — абсорбция стандартного раствора сравнения за вычетом абсорбции контрольного опыта;

K — коэффициент пересчета массовой доли кобальта на массовую долю его в сухом материале, вычисленный по п. 2.4.1.

3.4.2. Допускаемые расхождения — по п. 2.4.3.

ИЗМЕНЕНИЯ, ВНЕСЕННЫЕ В ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СССР

А. ГОРНОЕ ДЕЛО. ПОЛЕЗНЫЕ ИСКОПАЕМЫЕ

Группа А39

Изменение № 1 ГОСТ 26628—85 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения кобальта

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.12.91 № 2176

Дата введения 01.06.92

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не должно превышать предела Δ при соблюдении следующих условий:

расхождение между результатами двух (трех) параллельных или независимых определений не превышает (при доверительной вероятности $P=0,95$) значения d_2 (d_3);

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не отличается от аттестованного более чем на допустимое значение δ (при доверительной вероятности $P=0,85$).

При невыполнении одного из условий проводят повторное определение. Если и при повторном определении требования к точности результатов не выполняются, определение прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение между двумя средними результатами анализа, полученными в разных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать значения d_4 (при доверительной вероятности $P=0,95$)».

Пункт 2.2. Третий абзац дополнить словами: «обеспечивающая температуру нагрева 700 °С»;

исключить ссылки: ГОСТ 7756—73. ГОСТ 10553—75.

Пункт 2.3.1.1. Первый абзац. Заменить значения: 300—400 на 200—300;

после слов «фильтровальной массы» дополнить словами: «в стакан вместимостью 300—400 см³. Промывают стакан три раза соляной кислотой каждый раз ожидая до полного стекания предыдущей порции промывного раствора».

(Продолжение см. с. 38)

Пункт 2.3.1.3 после слова «Раствор» дополнить словами: «выпаривают, охлаждают до 70—80 °С и»;

заменить слова: «К нагретому до 60—80 °С» на «К горячему»;

примечание дополнить словами: «или никеля фотометрическим методом по ГОСТ 23581.22—81».

Пункт 2.3.1.5 дополнить примечанием: «Примечание. При определении никеля из растворов, полученных по п. 2.3.1.3, в растворы для градуировочного графика вводят стандартный раствор никеля в соответствии с п. 3.2.4 ГОСТ 23581.22—81».

Пункт 2.4.3 изложить в новой редакции: «2.4.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определения кобальта указаны в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля кобальта, %	Δ	$d_л$	$d_в$	$d_к$	δ
От 0,001 до 0,002 включ.	0,0006	0,0007	0,0006	0,0007	0,0004
Св. 0,002 » 0,005 »	0,0011	0,0012	0,0010	0,0012	0,0006
» 0,005 » 0,01 »	0,0018	0,0022	0,0018	0,0022	0,0012
» 0,01 » 0,02 »	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
» 0,05 » 0,1 »	0,008	0,011	0,009	0,011	0,005
» 0,1 » 0,2 »	0,015	0,020	0,015	0,020	0,010
» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,044	0,03	0,04	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03

Пункт 3.2. Второй абзац дополнить словами: «обеспечивающая температуру нагрева 700 °С».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения кобальта — по п. 2.4.3».

(ИУС № 4 1992 г.)

Редактор *И. Е. Шестакова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Г. М. Фролова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 06.11.85 Подп. в печ. 23.12.85 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,83 уч.-изд. л. Тир. 12 000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство «Стандартов», 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1445