УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Метод определения кобальта

Graphite. Method for determination of cobalt

ГОСТ 17818.11—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает метод определения кобальта.

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Нитрозо-Р-соль (1-нитрозо-2 нафтол-3,6 дисульфокислоты динатриевая соль) по ГОСТ 10553, раствор концентрации 1 г/дм^3. Хранят в склянке из темного стекла.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор концентрации 500 г/дм^3.

Кобальт двухлористый по ГОСТ 4525.

Стандартный раствор кобальта: 4,037 г двухлористого кобальта растворяют в воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

gost.e-ecolog.ru

Стандартный раствор с массовой концентрацией кобальта 1 мг/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор кобальта: отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией 0,01 мг/см³ (раствор Б).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см³ отмеривают бюреткой 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 и 0,030 мг кобальта, приливают по 20 см³ воды, по 5 см³ раствора уксуснокислого натрия и кипятят 1—2 мин. Затем приливают по 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли, нагревают до кипения, приливают по 5 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и кипятят 1—2 мин, добавляют по 0,5 см³ фосфорной кислоты. Растворы охлаждают, переливают в мерные колбы вместимостью по 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 500—560 нм, в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий кобальта. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора, полученного при определении меди по ГОСТ 17818.10, отбирают аликвотную часть 25—50 см³ в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ разбавленной 1 : 1 серной кислоты и упаривают раствор до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, осторожно приливают 10—15 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и нейтрализуют аммиаком до образования легкой мути, которую затем растворяют, приливая по каплям разбавленную 1 : 1 серную кислоту. К раствору приливают 5 см³ раствора уксуснокислого натрия и кипятят 1—2 мин. Далее приливают 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли, нагревают до кипения, приливают 5 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и кипятят до растворения осадка, добавляют 0,5 см фосфорной кислоты. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют, как указано в п. 3. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По значению оптической плотности по градуировочному графику определяют массу кобальта в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю кобальта (X_{Co}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Co} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса кобальта, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем основного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески графита, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,0001% при массовой доле кобальта до 0,001% и 0,0002% при массовой доле кобальта свыше 0,001%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **С. Н. Шевцова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 17818.11—75**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4525—77	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 10553—75	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 17818.0—90	1; 3.1
ГОСТ 17818.10—90	4.1

gost.e-ecolog.ru