УДК 622.343-15:546.73.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Метод определения кобальта

Copper concentrates.
Method for determination of cobalt

ГОСТ 15934.11—80*

Взамен
ГОСТ 15934.11—70

ОКСТУ 1733

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля 1980 г. № 1981 срок введения установлен

с 01.07.81

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта № 1074 от 15.04.85 срок действия продлен

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли кобальта от 0,001 до 0,2%.

Метод основан на образовании окрашенного соединения, кобальта (III) с нитрозо-Р-солью. Кобальт от мешающих определению элементов отделяется в виде кобальтинитрита.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76.

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0—81 и ГОСТ 26100—84.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 (перед разбавлением кислоту кипятят для удаления окислов азота).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (апрель 1985 г.) с Изменением № 1 утвержденным в апреле 1985 г. Пост. № 1068 от 15.04.85 (ИУС 7—85)*

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:99.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:99.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4144—79, растворы 500 и 20 г/дм^3 (последний подкислен уксусной кислотой).

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76, насыщенный раствор.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462—78, дважды перекристаллизованный и высушенный на воздухе.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/дм^3.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Нитрозо-Р-соль — по ГОСТ 10553—75, раствор 1 г/дм^3.

Стандартные растворы кобальта:

раствор А:0,4767 г перекристаллизованного сернокислого кобальта помещают в стакан, прибавляют воду и перемешивают до растворения соли, затем переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают;

раствор Б: отбирают пипеткой 50 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки разбавленной серной кислотой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

Универсальная индикаторная бумага.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески медного концентрата и объем аликвотной части раствора в зависмости от содержания кобальта указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кобальта, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,001 до 0,005	3	50—20
Св. 0,005 » 0,01	3	20—10
» 0,01 » 0,03	2	20— 5
» 0,03 » 0,05	1	10
» 0,05 » 0,1	1	10—5
» 0,1 » 0,2	0,5	5

3.2. Навеску концентрата помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, смешивают с 0,4—0,5 г фтористого натрия, приливают 25—30 см^3 соляной кислоты и нагревают 15—20 мин. Затем к раствору порциями приливают 13—15 см^3 азотной кислоты, нагревают раствор до исчезновения темных частиц и выпаривают до получения влажных солей.

Выпаривание повторяют еще два раза, прибавляя каждый раз по 5 см³ соляной кислоты. К остатку от выпаривания приливают 5 см³ соляной кислоты, 40 см³ горячей воды, кипятят 13—15 мин, затем охлаждают и фильтруют раствор через фильтр средней плотности в стакан вместимостью 250 см³. Осадок на фильтре промывают 7—8 раз водой, собирая фильтрат в тот же стакан. К фильтрату, объем которого должен быть примерно 100 см³, прибавляют небольшими порциями раствор углекислого калия до появления слабого помутнения, не исчезающего при сильном перемешивании, затем приливают 15 см³ уксусной кислоты и перемешивают до полного просветления раствора.

К раствору прибавляют 25 см³ раствора азотнокислого калия (500 г/дм³), тщательно перемешивают, прибавляют 5 г азотнокислого калия, снова перемешивают и оставляют раствор с осадком кобальтинитрита калия на 12 ч. Затем осадок отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, промывают раствором азотнокислого калия (20 г/дм³) до полного обесцвечивания промывных вод.

Осадок на фильтре растворяют в 20—25 см³ горячей разбавленной 1:1 соляной кислоты, приливая порциями по 4—5 см³. Раствор собирают в стакан, в котором проводилось осаждение.

Фильтр промывают 5—6 раз горячей разбавленной 1:99 соляной кислотой. Затем раствор выпаривают до получения влажных солей, прибавляют 5 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты и нагревают до полного растворения солей. После этого к раствору приливают 25—30 см³ воды, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора, указанную в табл. 1, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют аммиак до pH 5—6 (по универсальной индикаторной бумаге), приливают 5 см³ раствора уксуснокислого натрия и кипятят в течение 2—3 мин. Затем к раствору прибавляют 10 см³ нитрозо-Р-соли, кипятят 1—2 мин, после чего приливают 5 см³ разбавленной 1:1 азотной кислоты, снова кипятят раствор в течение 1 мин, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 520—540 нм и кювету с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание кобальта в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

3.3. Для построения градуировочного графика в пять стаканов вместимостью по 250 см³ бюреткой отмеривают 10, 20, 30, 40 и

50 см³ стандартного раствора Б. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. Растворы разбавляют водой до 100 см³, прибавляют по 25 см³ раствора азотнокислого калия и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2. Аликвотную часть раствора отбирают в количестве 10 см³.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям кобальта строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю кобальта (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кобальта, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля кобальта, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,002	0,0002	Св. 0,016 до 0,03	0,003
Св. 0,002 » 0,004	0,0004	» 0,03 » 0,06	0,004
» 0,004 » 0,008	0,0008	» 0,06 » 0,13	0,006
» 0,008 » 0,016	0,002	» 0,13 » 0,2	0,008

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—81 не реже одного раза в полгода.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru