МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:546.73.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения кобальта

Zinc concentrates. Method for the determination of cobalt

ГОСТ 14048.12—80*

Взамен ГОСТ 14048.12—71

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1980 г. № 487 дата введения установлена

01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения кобальта от 0,005 до 0,1 %.

Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет соединения трехвалентного кобальта с нитрозо-Р-солью. Кобальт отделяют от мешающих элементов путем осаждения их в виде гидроксидов суспензией оксида цинка.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 359—65.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизованной и аттестованной методикам, не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, аммиак, нитрозо-Р-соль. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;
- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аммиака, сероводорода), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016—79.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

**Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Цинка оксид по ГОСТ 10262—73, водная суспензия, свежеприготовленная. Суспензию готовят путем смешивания оксида цинка с водой в соотношении примерно 1,5:1.

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

Нитрозо-Р-соль, раствор 4 г/дм^3.

Кобальт (II) сернокислый 7-водный по ГОСТ 4462—78 или кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525—77.

Стандартные растворы кобальта:

раствор А. 0,4769 г воздушно-сухого сернокислого кобальта ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$) или 0,4037 г хлористого кобальта ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) растворяют в 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг кобальта;

раствор Б. 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентрата массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и смачивают 1—2 см^3 воды. Прибавляют 10 см^3 соляной кислоты и кипятят 3—5 мин. Приливают 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения обильных паров серной кислоты. Охлаждают. Обмывают стенки колбы водой и снова выпаривают до паров серной кислоты (серной кислоты должно остаться 0,5—1 см^3). Охлаждают. Прибавляют 30 см^3 воды и кипятят 2—3 мин. Вновь охлаждают. Прибавляют небольшими порциями суспензию оксида цинка, хорошо перемешивая, до полного осаждения гидроксида железа и других элементов (раствор становится бесцветным и на дне колбы остается небольшой осадок белого цвета — избыток оксида цинка). Раствор вместе с осадком гидроксидов переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смывают колбу несколько раз водой, доливают до метки водой, хорошо перемешивают и отфильтровывают часть раствора через сухой фильтр в сухую колбу. Первую порцию фильтрата отбрасывают. Операцию осаждения оксида цинка, разбавление и фильтрование следует проводить быстро, так как при pH 5 кобальт окисляется кислородом воздуха до трехвалентного и осаждается вместе с железом.

Аликвотную часть фильтрата 20 см^3 при массовой доле кобальта до 0,015 % или 3 см^3 при массовой доле его свыше 0,015 % помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^{3}и разбавляют до 20 см^3 водой. Приливают 0,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, 5 см^3 раствора уксуснокислого натрия, перемешивают и кипятят 1—2 мин. Приливают 7,5 см^3 раствора нитрозо-Р-соли и кипятят около 1 мин. Прибавляют 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и снова кипятят 1 мин. Охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре в области длин волн 520—550 нм в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание кобальта устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи конических колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 5, 10, 15, 20, 25 и 30 мкг кобальта. Приливают во все колбы воды до 10 см^3, аммиак до pH 5—6 (по универсальной индикаторной бумаге), затем 0,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4. Далее анализ продолжают, как указано в п. 3.1.

По полученным 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

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

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

V — вместимость мерной колбы для разбавления, см^3;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для фотометрирования, см^3.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью P=0,95 не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля кобальта, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 » 0,030 »	0,003	0,005
» 0,030 » 0,100 »	0,01	0,015

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,33.
Тираж 122 экз. С2658 Зак. 1017.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru