МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344-15 : 546.73.06 : 006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Фотометрический метод определения кобальта

ГОСТ 14047.7—78*

Lead concentrates. Determination of cobalt. Photometric method

ОКСТУ 1725

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли кобальта от 0,01 до 0,1 %.

Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет соединения трехвалентного кобальта с нитрозо-Р-солью и его фотометрировании в области длин волн 520—550 нм.

Кобальт отделяют от мешающих определению элементов осаждением их гидратов окисей суспензией окиси цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1 : 1 (перед разбавлением кислоту кипятят для удаления окислов азота);

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1 : 1 и 1 : 4;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

цинка окись по ГОСТ 10262, водную суспензию, свежеприготовленную. Суспензию приготовляют путем смешивания окиси цинка с водой;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 0,5 г/дм^3;

нитрозо-Р-соль, раствор 4 г/дм^3;

кобальт сернокислый по ГОСТ 4462 или кобальт хлористый по ГОСТ 4525;

стандартные растворы кобальта:

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

раствор А. 0,4769 г воздушно-сухого сульфата кобальта ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$) или 0,4640 г хлорида кобальта ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) растворяют в 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 4, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют 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, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,5000 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 азотной кислоты и упаривают до объема 2—3 см^3. Приливают 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до выделения обильных паров серной кислоты. Охлаждают. Смывают 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 до растворения растворимых сульфатов (2—3 мин). Вновь охлаждают, прибавляют небольшими порциями суспензию окиси цинка, хорошо перемешивая, до полного осаждения гидратов окисей железа и других элементов (раствор становится бесцветным и на дне колбы остается небольшой осадок белого цвета — избыток окиси цинка). Раствор вместе с осадком гидратов окисей переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смывают колбу несколько раз водой, разбавляют объем в мерной колбе водой до метки, хорошо перемешивают и отфильтровывают часть раствора через сухой фильтр в сухую колбу.

Первую порцию фильтрата отбрасывают. Операцию осаждения гидратов окисью 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 10 см^3 при содержании в пробе 0,01—0,04 % кобальта или 3 см^3 при больших концентрациях помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и разбавляют во втором случае до 10 см^3 водой. Приливают 0,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 4, 5 см^3 раствора ацетата натрия, перемешивают и кипятят 1—2 мин. Приливают 7,5 см^3 раствора нитрозо-Р-соли и кипятят около 1 мин. Приливают 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и снова кипятят 1 мин. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют 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 контрольной пробы, проведенной через весь анализ.

Массовую долю кобальта устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Для построения градуировочного графика в конические колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0, 5, 10, 15, 20, 25 и 30 мкг кобальта. Разбавляют объем до 10 см^3 водой, прибавляют аммиак до pH 5—6, затем 0,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 4. Далее анализ ведут, 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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 10^6},$$

где m_1 — количество кобальта, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

%

Массовая доля кобальта	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 0,01 до 0,03	0,003	0,005
Св. 0,03 » 0,1	0,01	0,015

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.Г. Саюн, Л.И. Максай

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.78 № 2310

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14047.7—71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 199—78	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 4462—78	2.1
ГОСТ 4525—77	2.1
ГОСТ 10262—73	2.1
ГОСТ 14047.5—78	1а.1
ГОСТ 27329—87	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 11—84, 10—89)

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

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. 0,43.
Тираж 127 экз. С2669. Зак. 1022.

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