

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

Издание официальное

Б3 9-98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения кобальта

ГОСТ
14048.12-80*Zinc concentrates. Method for the determination of
cobaltВзамен
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 об-
разцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизован-
ной и аттестованной методикам, не реже одного раза в квартал, а также при смене реагентов,
растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2-78.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1a. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

- при проведении анализа используются реагенты, оказывающие вредное воздействие на
организм человека: кислоты, аммиак, нитрозо-Р-соль. При работе с названными веществами
необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-техничес-
кой 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. 1a. (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/дм³.

Нитрозо-Р-соль, раствор 4 г/дм³.

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 ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) или 0,4037 г хлористого кобальта ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг кобальта;

раствор Б. 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг кобальта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентратта массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и смачивают 1—2 см³ воды. Прибавляют 10 см³ соляной кислоты и кипятят 3—5 мин. Приливают 5 см³ 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 остататься 0,5—1 см³). Охлаждают. Прибавляют 30 см³ 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 см³, 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.

Аликовотную часть фильтрата 20 см³ при массовой доле кобальта до 0,015 % или 3 см³ при массовой доле его свыше 0,015 % помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют до 20 см³ водой. Приливают 0,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, 5 см³ раствора уксуснокислого натрия, перемешивают и кипятят 1—2 мин. Приливают 7,5 см³ раствора нитрозо-Р-соли и кипятят около 1 мин. Прибавляют 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и снова кипятят 1 мин. Охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре в области длии воли 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 см³ помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 5, 10, 15, 20, 25 и 30 мкг кобальта. Приливают во все колбы воды до 10 см³, аммиак до pH 5—6 (по универсальной индикаторной бумаге), затем 0,5 см³ 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, см³;

m — масса навески концентратса, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для фотометрирования, см³.

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 и Издательство на ПЭВМ
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
 ПЛР № 040138