

# КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

## ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА

Издание официальное

**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 СВИНЦОВЫЕ****Фотометрический метод определения кобальта**

Lead concentrates. Determination of cobalt.  
Photometric method

**ГОСТ**  
**14047.7—78\***

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 готовят путем смешивания окиси цинка с водой;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>;

нитрозо-Р-соль, раствор 4 г/дм<sup>3</sup>;

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

стандартные растворы кобальта:

Издание официальное

Переиздание воспрещено

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

раствор А. 0,4769 г воздушно-сухого сульфата кобальта ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) или 0,4640 г хлорида кобальта ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) растворяют в 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 4, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг кобальта;

раствор Б. 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и смачивают 1—2 см<sup>3</sup> воды. Прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и кипятят 3—5 мин. Приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и упаривают до объема 2—3 см<sup>3</sup>. Приливают 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>). Охлаждают, прибавляют 30 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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 окисей 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<sup>3</sup> при содержании в пробе 0,01—0,04 % кобальта или 3 см<sup>3</sup> при больших концентрациях помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и разбавляют во втором случае до 10 см<sup>3</sup> водой. Приливают 0,5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 4, 5 см<sup>3</sup> раствора ацетата натрия, перемешивают и кипятят 1—2 мин. Приливают 7,5 см<sup>3</sup> раствора нитрозо-Р-соли и кипятят около 1 мин. Приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и снова кипятят 1 мин. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0, 5, 10, 15, 20, 25 и 30 мкг кобальта. Разбавляют объем до 10 см<sup>3</sup> водой, прибавляют аммиак до pH 5—6, затем 0,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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. Шека*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *Т.И. Кононенко*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартыановой*

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