

ГРАФИТ**Метод определения кобальта**Graphite. Method for
determination of cobalt**ГОСТ****17818.11—90**

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает метод определения кобальта.

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения кобальта с нитрозо-Р-солью и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Нитрозо-Р-соль (1-нитрозо-2 нафтол-3,6 дисульфокислоты динатриевая соль) по ГОСТ 10553, раствор концентрации 1 г/дм³. Хранят в склянке из темного стекла.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор концентрации 500 г/дм³.

Кобальт двуххлористый по ГОСТ 4525.

Стандартный раствор кобальта: 4,037 г двуххлористого кобальта растворяют в воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор с массовой концентрацией кобальта 1 мг/см^3 (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор кобальта: отбирают пипеткой 10 см^3 стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией $0,01 \text{ мг/см}^3$ (раствор Б).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см^3 отмеривают бюреткой 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и $3,0 \text{ см}^3$ градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 и $0,030 \text{ мг}$ кобальта, приливают по 20 см^3 воды, по 5 см^3 раствора уксуснокислого натрия и кипятят 1—2 мин. Затем приливают по 10 см^3 раствора нитрозо-Р-соли, нагревают до кипения, приливают по 5 см^3 разбавленной 1:1 азотной кислоты и кипятят 1—2 мин, добавляют по $0,5 \text{ см}^3$ фосфорной кислоты. Растворы охлаждают, переливают в мерные колбы вместимостью по 50 см^3 , доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания $500—560 \text{ нм}$, в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 50 мм .

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий кобальта. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора, полученного при определении меди по ГОСТ 17818.10, отбирают аликвотную часть $25—50 \text{ см}^3$ в стакан вместимостью 100 см^3 , приливают 10 см^3 разбавленной 1:1 серной кислоты и упаривают раствор до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, осторожно приливают $10—15 \text{ см}^3$ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и нейтрализуют аммиаком до образования легкой мути, которую затем растворяют, приливая по каплям разбавленную 1:1 серную кислоту. К раствору приливают 5 см^3 раствора уксуснокислого натрия и кипятят 1—2 мин. Далее приливают 10 см^3 раствора нитрозо-Р-соли, нагревают до кипения, приливают 5 см^3 разбавленной 1:1 азотной кислоты и кипятят до растворения осадка, добавляют $0,5 \text{ см}^3$ фосфорной кислоты. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют, как указано в п. 3. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По значению оптической плотности по градуировочному графику определяют массу кобальта в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю кобальта (X_{Co}) в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески графита, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,0001% при массовой доле кобальта до 0,001% и 0,0002% при массовой доле кобальта свыше 0,001%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Концерном «Союзминерал»
РАЗРАБОТЧИКИИ. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы),
С. Н. Шевцова2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением
Государственного комитета СССР по управлению качеством
продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. ВЗАМЕН ГОСТ 17818.11—75

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-
ТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4525—77	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 10553—75	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 17818.0—90	1; 3.1
ГОСТ 17818.10—90	4.1