

ГОСТ 5407-78

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
РЕАКТИВЫ. КОБАЛЬТ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ ОСНОВНОЙ ВОДНЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
REAGENTS. COBALTOUS CARBONATE BASIC AQUEOUS. SPECIFICATIONS

ОКП 26 2222 0400 05*

* Введено дополнительно, Изм. N 1.

Срок действия с 01.07.79
до 01.07.84*

* Ограничение срока действия снято по протоколу N 3-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС N 5/6, 1993 год). - Примечание изготовителя базы данных.

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

Б.И.Желнин, Л.А.Михайлова, Л.Х.Беспрозванная, Л.Н.Лебедева, В.А.Кремнева, Т.Г.Манова, И.Л.Ротенберг, З.М.Ривина, Л.Н.Костяшина, Л.В.Кидиярова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии В.Ф.Ростунов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 мая 1978 г. N 1303

ВЗАМЕН ГОСТ 5407-68

ВНЕСЕНО Изменение N 1, введенное в действие Постановлением Госстандарта СССР от 08.02.84 N 434 с 01.06.84

Изменение N 1 внесено изготовителем базы данных по тексту ИУС N 5, 1984 год

ВНЕСЕНА поправка, опубликованная в ИУС N 6, 1988 год

Настоящий стандарт распространяется на реактив - водный основной углекислый кобальт (II), представляющий собой порошок розового цвета, нерастворимый в воде, растворимый в кислотах.

Формула $\text{CoCO}_3 \cdot x\text{Co(OH)}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}$.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Водный основной углекислый кобальт (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям водный основной углекислый кобальт (II) должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2222 0402 03	Чистый (ч.) ОКП 26 2222 0401 04
1. Массовая доля кобальта (Co), %	48-53	45-53
2. Массовая доля нерастворимых в кислоте веществ, %, не более	0,01	0,02
3. Массовая доля азота (N) - общее содержание из нитратов, нитритов и др., %, не более	0,025	0,050
4. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,005	0,020
5. Массовая доли хлоридов (Cl), %, не более	0,004	0,010
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002	0,005
7. Массовая доля суммы калия и натрия (K+Na), %, не более	0,03	0,15
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,01	0,03
9. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,02	0,20
10. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,005	0,010
11. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,005	0,010
12. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,050

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по СТ СЭВ 804-77.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы не должна быть менее 240 г.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.2. Определение массовой доли кобальта проводят по ГОСТ 10398-76.

При этом около 0,12 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (с меткой на 100 см³), прибавляют 0,5 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ воды, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают на водяной бане до растворения препарата. Объем раствора доводят водой до метки, нагревают до кипения и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса кобальта, соответствующая 1 см³ точно 0,05 М раствора трилона Б, равна 0,002947 г.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. Реактивы, растворы и посуда

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, 25%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336-82, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3.2. Проведение анализа

10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 400 см³, накрывают часовым стеклом и, приподнимая его, прибавляют небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты; нагревают на водяной бане до растворения препарата, смывают стекло водой, доводят объем раствора водой до 100 см³ и снова, накрыв стакан часовым стеклом, выдерживают на кипящей водяной бане в течение 1 ч.

Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 150 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105-110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 1 мг,

для препарата чистый - 2 мг.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.4. Определение массовой доли азота - общее содержание из нитратов, нитритов и др. проводят по ГОСТ 10671.4-74.

При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 250 см³ (с меткой на 100 см³), осторожно прибавляют 2,5 см³ 25%-ного раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают, переносят в круглодонную колбу, прибавляют воду и далее определение проводят фотометрическим или визуальнометрическим методом, прибавляя 15 см³ раствора гидроокиси натрия вместо 5 см³.

Для анализа используют аликвотную часть отогнанного раствора, соответствующую 0,1 г препарата.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса общего азота не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг,

для препарата чистый - 0,050 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5-74.

При этом 1 г препарата квалификации чистый для анализа или 0,5 г препарата квалификации чистый взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 50 см³, осторожно, по каплям,

прибавляют 2,5 см³ 25%-ного раствора соляной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата. Затем раствор выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток смачивают 1 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты, смывают 25 см³ воды в колбу вместимостью 50 см³ и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячей водой. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,05 мг,

для препарата чистый - 0,10 мг.

При определении визуально-нефелометрическим методом в контрольный раствор и в растворы сравнения вводят освобожденный от сульфатов раствор, который готовят следующим образом: 4 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 100 см³, растворяют при нагревании на водяной бане в 10 см³ 25%-ного раствора соляной кислоты и выпаривают досуха. Остаток смачивают 4 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты, растворяют в 80 см³ воды, нагревают до кипения, прибавляют 12 см³ раствора хлористого бария, перемешивают и оставляют в покое. Через 18-20 ч раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячей водой.

Для приготовления каждого раствора сравнения берут 24 см³ фильтрата для препарата чистый для анализа или 12 см³ - для препарата чистый.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7-74.

При этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют осторожно (по каплям) 6 см³ 25%-ного раствора азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата. Объем раствора доводят водой до 42 см³ и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом, не прибавляя 25%-ного раствора азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа - 0,02 мг,

для препарата чистый - 0,05 мг.

При определении визуально-нефелометрическим методом в контрольный раствор и в растворы сравнения вводят освобожденный от хлоридов раствор, который готовят следующим образом: 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют при нагревании на водяной бане в 24 см³ 25%-ного раствора азотной кислоты, прибавляя кислоту осторожно, небольшими порциями. Объем раствора доводят водой до 80 см³, прибавляют 4 см³ раствора азотнокислого серебра и оставляют в покое. Через 18-20 ч раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты.

Для приготовления каждого раствора сравнения берут 21 см³ фильтрата.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 1)

3.7. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

3.7.1. Приборы, реактивы и растворы

Спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора УМ-2) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоумножители типов ФЭУ-38, ФЭУ-51.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457-75.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882-73.

Горелка.

Распылитель.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.

Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525-77, дважды перекристаллизованный, проверенный на содержание натрия, калия и кальция по методу добавок (найденные количества примесей учитывают при приготовлении растворов сравнения); 5%-ный раствор - раствор А.

Растворы, содержащие Na, K и Ca; готовят по ГОСТ 4212-76; соответствующим разбавлением и смешением получают раствор, содержащий по 0,1 мг/см³ Na, K и Ca - раствор Б.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Все растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.7.2. Подготовка к анализу

Приготовление анализируемого раствора.

Массу навески препарата (m) вычисляют по формуле

$$m = \frac{0,25 \cdot 100}{X},$$

где 0,25 - масса кобальта (II), соответствующая 1 г 6-водного хлористого кобальта, г;

X - массовая доля кобальта (II) в препарате, определенная по п.3.2, %.

Вычисленную массу препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ воды и 3 см³ соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Приготовление растворов сравнения

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают по 25 см³ воды, по 20 см³ раствора А (соответствуют 1 г 6-водного хлористого кобальта) и указанные в табл.2 объемы раствора Б, доводят объем каждого раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см ³	Концентрация в растворе сравнения, мг/100 см ³		
		Na	K	Ca
1	0,0	-	-	-
2	0,5	0,05	0,05	0,05
3	1,5	0,15	0,15	0,15
4	3,0	0,30	0,30	0,30
5	5,0	0,50	0,50	0,50
6	7,5	0,75	0,75	0,75

Таблица 2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.7.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na - 589,0-589,6 нм, K - 766,5 нм и Ca - 422,7 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен-воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование спектров анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли определяемых примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли примесей, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого замера распыляют воду.

3.7.4. Обработка результатов

Концентрацию примесей в мг на 100 см³ - на оси абсцисс. Массовую долю каждой примеси в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где a - найденная по графику концентрация определяемой примеси в мг на 100 см³;

m - масса навески препарата в 100 см³, г.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля кальция и массовая доля суммы натрия и калия не будет превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по должны превышать 20% относительно вычисляемой величины.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8. Определение массовой доли железа, никеля, магния, меди и цинка

3.8.1. Приборы, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Лампы с полым катодом типа ЛСП на Fe, Ni, Mg, Cu.

Лампа безэлектродная высокочастотная ВСБ-2-Zn, Cd, с источником питания ППБЛ-3.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457-75.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882-73.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, 8 н. раствор.

Растворы, содержащие Fe, Ni, Mg, Cu и Zn; готовят по ГОСТ 4212-76 - раствор А; соответствующим разбавлением и смешением готовят раствор, содержащий по 0,05 мг/см³ Zn, 0,2 мг/см³ Ni, 0,02 мг/см³ Cu и 0,01 мг/см³ Mg - раствор Б.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, вторично перегнаная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8.2. Подготовка к анализу

Приготовление анализируемого раствора.

Для определения массовой доли примеси железа 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют при нагревании в 15 см³ раствора соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают - раствор В.

Для определения массовой доли примеси никеля, цинка, магния и меди 10 см³ раствора В (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводит объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Приготовление растворов сравнения

Для определения массовой доли никеля, цинка, меди и магния в пять мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают по 20 см³ воды и указанные в табл.3 объемы раствора Б. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см ³	Концентрация в растворе сравнения, мг/100 см ³				Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %			
		Ni	Zn	Mg	Cu	Ni	Zn	Mg	Cu
1	0,5	0,1	0,025	0,005	0,01	0,02	0,005	0,001	0,002
2	1,0	0,2	0,050	0,010	0,02	0,04	0,010	0,002	0,004
3	2,0	0,4	0,100	0,020	0,04	0,08	0,020	0,004	0,008

4	3,0	0,6	0,150	0,030	0,06	0,12	0,030	0,006	0,012
5	5,0	1,0	0,250	0,050	0,10	0,20	0,050	0,010	0,020

Для определения массовой доли железа готовят растворы с добавлением железа. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают указанные в табл.4 объемы раствора А. Объем каждого раствора доводят до метки анализируемым раствором В и тщательно перемешивают.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см ³	Концентрация Fe в растворе сравнения, мг/100 см ³	Массовая доля Fe в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	0,00	-	-
2	0,10	0,10	0,002
3	0,25	0,25	0,005
4	0,50	0,50	0,010

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8.3. Проведение анализа и обработка результатов

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитические линии, нм:

Zn - 213,9

Mg - 285,2

Ni - 232,0

Cu - 324,7

Fe - 248,3

При определении массовой доли цинка, магния, никеля и меди методом растворов сравнения последовательно распыляют в пламя растворы сравнения в порядке возрастания концентрации определяемых элементов и анализируемые растворы - по 2-3 раза. После каждого замера распыляют воду. Затем вычисляют среднее арифметическое значение поглощения (I) в процентах для каждого раствора.

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат процентное значение поглощения, на оси абсцисс - массовую долю примесей в пересчете на препарат.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

При определении цинка может наблюдаться неселективное поглощение аналитической линии, значение которого измеряют при распылении анализируемых растворов и использовании нерезонансной линии Cd - 214,4 нм, излучаемой лампой ВСБ-2-Zn, Cd. В этом случае значение поглощения пересчитывают в оптическую плотность (D) по формуле

$$D = 2 - \lg(100 - I\%)$$

Оптическую плотность, соответствующую селективному поглощению (D_A), вычисляют по формуле

$$D_A = D_{A+M} - D_M,$$

где D_{A+M} - сумма оптических плотностей, соответствующих селективному и неселективному поглощению;

D_M - оптическая плотность, соответствующая неселективному поглощению.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения оптической плотности, на оси абсцисс - массовую долю цинка в пересчете на препарат в растворах сравнения.

Массовую долю цинка в препарате находят по графику.

Определение содержания железа проводят методом добавок. При этом последовательно распыляют в пламя анализируемые растворы без добавок и растворы с добавками по 2-3 раза и измеряют поглощение аналитической линии железа.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат оптические плотности D_A , на оси абсцисс - массовые доли добавок в пересчете на препарат. Массовую долю железа в препарате находят экстраполяцией графика до пересечения с осью абсцисс.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно вычисляемой величины.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 2-9, 11-1, 11-6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - шесть месяцев со дня изготовления.

5.1, 5.2 (Измененная редакция, Изм. N 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Водный основной углекислый кобальт (II) в виде пыли может вызывать раздражение слизистых оболочек дыхательных путей и органов пищеварения, а также кожных покровов.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускается попадание препарата внутрь организма.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу в лаборатории.

6.4. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

Электронный текст документа
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Издательство стандартов, 1978

Редакция документа с учетом
изменений и дополнений
подготовлена ЗАО "Кодекс"