



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**РЕАКТИВЫ. КОБАЛЬТ (II)
УГЛЕКИСЛЫЙ ОСНОВНОЙ ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5407-78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

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, Э. М. Ривина, Л. Н. Костя-
шина, Л. В. Кидярова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии В. Ф. Ростунов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государствен-
ного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 мая
1978 г. № 1303

РЕАКТИВЫ. КОБАЛЬТ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ
ОСНОВНОЙ ВОДНЫЙ

Технические условия

Reagents. Cobaltous carbonate basic aqueous.
Specifications

ГОСТ
5407—78

Взамен
ГОСТ 5407—68

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 мая 1978 г. № 1303 срок действия установлен

с 01.07 1979 г.
до 01.07 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

продлен до 01.07.89 (учет 84)

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

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

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. з.)	Чистый (ч.)
1. Массовая доля кобальта (Co), %	48—53	45—53
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,01	0,02

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. з. в.)	Чистый (ч.)
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 доля 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

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 150 г.

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 мл (с меткой на 100 мл), прибавляют 0,5 мл раствора соляной кислоты, 3 мл 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 мл точно 0,05 М раствора трилона Б, равна 0,002947 г.

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 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.3.2. Проведение анализа

10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 400 мл, накрывают часовым стек-

лом и, приподнимая его, прибавляют небольшими порциями 25 мл раствора соляной кислоты; нагревают на водяной бане до растворения препарата, смывают стекло водой, доводят объем раствора водой до 100 мл 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 мл горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C 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.

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 мл (с меткой на 100 мл), осторожно прибавляют 2,5 мл 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 визуально-колориметрическим методом, прибавляя 15 мл раствора гидроксида натрия вместо 5 мл.

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.

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 мл, осторожно, по каплям, прибавляют 2,5 мл 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 мл 10%-ного раствора соляной кислоты, смывают 25 мл воды в колбу вместимостью 50 мл 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 мл, растворяют при нагревании на водяной бане в 10 мл 25%-ного раствора соляной кислоты и выпаривают досуха. Остаток смачивают 4 мл 10%-ного раствора соляной кислоты, растворяют в 80 мл воды, нагревают до кипения, прибавляют 12 мл 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 12 мл фильтрата.

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

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 мл, прибавляют осторожно (по каплям) 6 мл 25%-ного раствора азотной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата. Объем раствора доводят водой до 42 мл 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 мл 25%-ного раствора азотной кислоты, прибавляя кислоту осторожно, небольшими

порциями. Объем раствора доводят водой до 80 мл, прибавляют 4 мл 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 мл фильтрата.

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

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 фотозлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоумножители титлов 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—68, 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/мл 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.

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 мл,

прибавляют 5 мл воды и 3 мл соляной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Приготовление растворов сравнения

В шесть мерных колб вместимостью 100 мл каждая помещают по 25 мл воды, по 20 мл 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, мл	Концентрация в растворе сравнения, мг/100 мл			Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
		Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0,0	—	—	—	—	—	—
2	0,5	0,05	0,05	0,05	0,005	0,005	0,005
3	1,5	0,15	0,15	0,15	0,015	0,015	0,015
4	3,0	0,30	0,30	0,30	0,030	0,030	0,030
5	5,0	0,50	0,50	0,50	0,050	0,050	0,050
6	7,5	0,75	0,75	0,75	0,075	0,075	0,075

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

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат. Массовую долю примесей в пересчете на препарат — на оси абсцисс. Массовую долю натрия, калия и кальция находят по графику.

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 ко-

торами не должны превышать 20% относительно вычисляемой величины.

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/мл Zn, 0,2 мг/мл Ni, 0,02 мг/мл Cu и 0,01 мг/мл Mg — раствор Б.

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

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 мл, растворяют при нагревании в 15 мл 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 мл раствора В (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят 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 мл каждая помещают по 20 мл 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, мл	Концентрация в растворе сравнения, мг/100 мл				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 мл 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, мл	Концентрация Fe в растворе-сравнении (г/л в 100 мл)	Массовая доля Fe в растворе-сравнении (в персчете на 100 г р-ра) %
1	0,00	—	—
2	0,10	0,10	0,002
3	0,25	0,25	0,005
4	0,50	0,50	0,010

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 (D) 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 персчете 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

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

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 упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п, Б-6, М-1.

Группе фасовки: III, IV, V, VI, VII.

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 должен гарантировать соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных настоящим стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — шесть месяцев со дня изготовления. По истечении указанного срока препарат перед использованием проверяют на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

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.

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Изменение № 1 ГОСТ 5407—78 Реактивы. Кобальт (II) углекислый основной водный. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.02.84 № 434 срок введения установлен

с 01.06.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2222 0400 05.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Вводную часть дополнить абзацем (после первого): «Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для высшей категории качества».

Пункт 1.2. Таблица 1. Головку дополнить кодами: для чистого для анализа (ч.д.а.) — ОКП 26 2222 0402 03; для чистого (ч.) — ОКП 26 2222 0401 04.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77».

Пункт 3.1. Заменить значение: 150 на 240.

Пункт 3.3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 9775—69 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 2.5. Седьмой абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления каждого раствора сравнения берут 24 см³ фильтрата для препарата чистый для анализа или 12 см³ — для препарата чистый».

(Продолжение см. стр. 144)

Пункт 3.7.1. Заменить ссылку: ГОСТ 4525—68 на ГОСТ 4525—77.

Пункт 3.7.2. Таблица 2. Исключить графу: «Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %, Na, K, Ca».

Пункт 3.7.4. Второй абзац. Заменить слова: «Массовую долю примесей в пересчете на препарат — на оси абсцисс. Массовую долю натрия, калия и кальция находят по графику» на «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.

Пункт 4.1. Заменить слова: «Вид упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п, Б-6, М-1» на «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 11—1, 11—6».

Пункт 5.1. Заменить слова: «должен гарантировать» на «гарантирует»; исключить слова: «установленных настоящим стандартом».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Гарантийный срок хранения препарата — шесть месяцев со дня изготовления».

(ИУС № 5 1984 г.)