МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КОБАЛЬТ (II) УКСУСНОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 8—2000

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.292'173—41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КОБАЛЬТ (II) УКСУСНОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 5861—79

Reagents. Cobalt (II) acetate, 4-aqueous. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 3421 0820 05

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 4-водный уксуснокислый кобальт (II), который представляет собой розово-красные кристаллы; растворим в воде; неустойчив на воздухе.

Формула: $Co(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 249,08.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 4-водный уксуснокислый кобальт (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 4-водный уксуснокислый кобальт (II) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3421 0822 03	Чистый (ч.) ОКП 26 3421 0821 04
1. Массовая доля 4-водного уксуснокислого кобальта (II) $[Co(CH_3COO)_2 \times 4H_2O]$, %	99,5—101,5	Не менее 99
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,02
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,002	0,02
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,001
7. Массовая доля суммы калия и натрия (K+Na), %, не более	0,01	0,02
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,01	0,03
9. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,001	0,005
10. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,0005	Не нормируется
11. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,005	0,01
12. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,02	0,1
13. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,02
14. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	6—8	Не нормируется

Примечание. Препарату с массовой долей никеля не более 0,002 % присваивают квалификации: чистый (ч.) без никеля (ОКП 26 3421 2911 06) и чистый для анализа (ч.д.а.) без никеля (ОКП 26 3421 2912 05).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2004

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 4-водный уксуснокислый кобальт (II) может вызывать нарушение пищеварения, дыхания, кровеносной системы, а также острый дерматит.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены; не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

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

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

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При выполнении операций взвешивания применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104* 1-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Правила приемки – по ГОСТ 3885.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 420 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Определение массовой доли 4-водного уксуснокислого кобальта (II) проводят по ГОСТ 10398.

При этом около 3,0000 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в воде, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

25 $см^3$ полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 0,2 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и далее определение проводят по ГОСТ 10398.

Масса 4-водного уксуснокислого кобальта (II), соответствующая 1 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно *с* (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 М), – 0,01245 г.

Индикаторную смесь ксиленолового оранжевого готовят следующим образом: 0,25 г индикатора растирают в ступке с 25 г хлористого натрия (ГОСТ 4233).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная и раствор с массовой долей 1 %.

Стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. *Проведение анализа*

30,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 120 $см^3$ воды, подкисленной 1 $см^3$ ледяной уксусной кислоты.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают раствор в течение 1 ч на кипящей водяной бане и фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 150 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 1 % 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 — 1,5 мг, для препарата чистый — 6 мг.

4.4. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4. При этом 2,00 г препарата помещают в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336), растворяют в воде и далее определение проводят визуально-колориметрическим методом, прибавляя 7,5 см³ раствора гидроокиси натрия вместо 5 см³ и используя для анализа аликвотную часть отогнанного раствора, содержащую 1 г препарата ч.д.а. или 0,1 г препарата ч.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг N,

для препарата чистый — 0,02 мг N,

1 г сплава Деварда, 7,5 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ реактива Несслера или Несслера-Винклера.

4.3.2, 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5.

1,00 г препарата помещают в фарфоровую чашку, смачивают 3 см³ воды, растворяют в 5 см³ концентрированной соляной кислоты х. ч. (ГОСТ 3118), раствор выпаривают на кипящей водяной бане досуха и остаток сушат в сушильном шкафу при 100 °С в течение 30 мин. Затем содержимое чашки смачивают 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, растворяют в 25 см³ воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой, в колбу вместимостью 50 см³. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), не прибавляя раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 23 см³ раствора препарата, не содержащего сульфатов,

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг SO_4,

для препарата чистый — 0,1 мг SO_4

и 3 см³ раствора крахмала.

Раствор 4-водного уксуснокислого кобальта (II), не содержащий сульфатов, готовят следующим образом: 3,00 г препарата помещают в фарфоровую чашку, смачивают 3 см³ воды, растворяют в 15 см³ концентрированной соляной кислоты, раствор выпаривают на кипящей водяной бане досуха и остаток сушат в сушильном шкафу при 100 °С в течение 30 мин. Затем содержимое чашки смачивают 3 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, растворяют в 30 см³ воды, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 60 см³), доводят объем водой до метки, нагревают до кипения, прибавляют при перемешивании 9 см³ раствора хлористого бария и оставляют на 18—20 ч. Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой.

4.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7.

1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в воде и далее определение проводят фототурбидиметрическим (из 50 см³) или визуально-нефелометрическим методом, прибавляя 4 см³ раствора азотной кислоты вместо 2 см³.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При визуально-нефелометрическом методе в растворы сравнения вводят раствор 4-водного уксуснокислого кобальта (II), не содержащий хлоридов, который готовят следующим образом: 3,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 60 $см^3$ воды, прибавляют 12 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 3 $см^3$ раствора азотнокислого серебра. Объем раствора доводят водой до 90 $см^3$, перемешивают и оставляют в покое. Через 16—18 ч раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Для приготовления каждого раствора сравнения берут 30 $см^3$ фильтрата.

Если при визуально-нефелометрическом определении окраска анализируемого раствора отличается от окраски раствора сравнения, то определение повторяют. После прибавления раствора азотной кислоты анализируемые растворы также оставляют в покое на 16—18 ч, после чего фильтруют через фильтр, тщательно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, прибавляют 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

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

4.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555.

2,00 г препарата помещают в фарфоровую чашку, смачивают 5 $см^3$ воды, растворяют в 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и выпаривают раствор на кипящей водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 30 $см^3$ воды при нагревании на водяной бане, переносят в стакан вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты (по ГОСТ 4461) и кипятят 1—2 мин. Затем раствор охлаждают, прибавляют 4 г хлористого аммония, затем при перемешивании прибавляют 20 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 10 %, нагревают до кипения и оставляют в покое на 1 ч. Затем раствор фильтруют через беззольный фильтр малого размера, предварительно промытый раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и несколько раз — горячей водой. Остаток на фильтре промывают горячей промывной жидкостью до исчезновения розовой окраски фильтра, а затем три-четыре раза — горячей водой. Фильтрат и промывные воды отбрасывают. Промытый осадок на фильтре растворяют в 2 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, прибавляемой по каплям, а затем фильтр тщательно промывают 20—25 $см^3$ горячей воды. Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с меткой на 50 $см^3$) и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение содержания железа в применяемых количествах реактивов и при его обнаружении в результат анализа вводят поправку. Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

4.5—4.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.8а. Определение массовой доли калия, кальция, меди, магния, натрия, никеля и цинка

4.8а.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Атомно-абсорбционный спектрофотометр «Сатурн» или аналогичный прибор по классу точности не ниже указанного.

Лампы с полым катодом ЛСП-1 или другого типа для определяемого элемента.

Лампы безэлектродные ВСБ-2 для определяемого элемента с источником питания ГПБЛ-3В.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1(2) и 5(10) $см^3$

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Растворы, содержащие Na, K, Ca, Mg, Zn, Cu, Ni, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят контрольные растворы концентраций, указанных в табл. 2а.

Таблица 2а

Номер контрольного раствора, элемент	Массовая концентрация раствора, мг/см³	Номер контрольного раствора, элемент	Массовая концентрация раствора, мг/см³
1. (Na)	0,001	8. (Na)	0,01
2. (K)	0,001	9. (K)	0,01
3. (Ca)	0,01	10. (Ca)	0,1
4. (Mg)	0,0002	11. (Mg)	0,01
5. (Cu)	0,005	12. (Cu)	0,01
6. (Ni)	0,005	13. (Ni)	0,1
7. (Zn)	0,001	14. (Zn)	0,01

По контрольным растворам 1—7 проверяют чувствительность прибора, контрольные растворы 8—14 используют для введения добавок.

4.8а.2 *Подготовка к анализу*

4.8а.2.1. 0,50 г препарата помещают в мерную колбу, прибавляют 40 см³ воды и 1—2 капли уксусной кислоты, перемешивают до полного растворения, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.8а.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В три мерные колбы помещают по 0,50 г анализируемого препарата, по 40 см³ воды, воды, по 2 капли уксусной кислоты и перемешивают до полного растворения навески. В первой колбе объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают, во вторую и третью добавляют анализируемые примеси в объемах, указанных в табл. 2б.

Таблица 2б

Номер контрольного раствора, элемент	Объем контрольного раствора, см³		Масса добавки в 100 см³ контрольного раствора, мг		Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %	
	2-я колба	3-я колба	2 я колба	3-я колба	2-я колба	3 я колба
8. (Na)	2,0	5,0	0,02	0,05	0,004	0,01
9. (K)	2,0	5,0	0,02	0,05	0,004	0,01
10. (Ca)	0,5	1,5	0,05	0,15	0,01	0,03
11. (Mg)	2,0	5,0	0,02	0,05	0,004	0,01
12. (Cu)	0,5	2,5	0,005	0,025	0,001	0,005
13. (Ni)	1,0	5,0	0,1	0,5	0,02	0,10
14. (Zn)	5,0	10,0	0,05	0,10	0,01	0,02

Объемы второй и третьей колб доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.8а.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Прибор настраивают согласно инструкции по эксплуатации, после подготовки прибора к анализу для проверки его чувствительности к каждому из определяемых элементов проводят фотометрирование спектра контрольных растворов 1—7. Если чувствительность соответствует нормам, указанным в паспорте на прибор, проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей определяемых примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое интенсивности излучения для каждого раствора. Фотометрирование растворов проводят по каждому орпределяемому элементу. После каждого измерения распыляют воду.

4.8а.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая поглощение линий в делениях шкалы на оси ординат, массовую долю определяемого элемента в процентах в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят экстраполяцией графика до пересечения с осью абсцисс.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения от среднего арифметического, равного для натрия, магния, цинка и меди 10 %, для калия и кальция 15 % и для никеля 20 %.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результата анализа ±10 % для калия, натрия, меди, магния, цинка и кальция и ±20 % для никеля при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

При разногласиях в оценке массовых долей калия, кальция, меди, магния, натрия, никеля и цинка анализ проводят в соответствии с п. 4.8а настоящего стандарта.

4.8а—4.8а.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4.8. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

4.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-1 (или универсального монохроматора УМ-2) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1 или пламенный фотометр типа ПФМ, или анализатор жидкости пламенно-фотометрический типа ПАЖ-2.

Фотоумножители типов ФЭУ-51, ФЭУ-38.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 1(2) и 5(10) $см^3$.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457, пропан-бутан или природный газ.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка газовая.

Распылитель.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кобальт (II) уксуснокислый 4-водный по настоящему стандарту, дважды перекристаллизованный, проверенный на содержание натрия, калия и кальция по методу добавок (найденные количества примесей учитывают при приготовлении растворов сравнения); раствор с массовой долей 5 % – раствор А.

Растворы, содержащие Na, K и Ca; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением и смешением готовят растворы с концентрацией: 0,1 мг/$см^3$ Ca – раствор Б; по 0,01 мг/$см^3$ Na и K – раствор В.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8.2. *Подготовка к анализу*

4.8.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

0,50 г препарата помещают в мерную колбу, прибавляют 40 $см^3$ воды и 1—2 капли уксусной кислоты, перемешивают до полного растворения, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.8.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В пять мерных колб помещают по 25 $см^3$ воды, по 10 $см^3$ раствора А (соответствуют 0,5 г препарата) и объемы растворов Б и В, указанные в табл. 2. Затем объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, $см^3$		Введено в растворы сравнения в виде добавок, мг/100 $см^3$			Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
	Б	В	Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	—	—	—	—	—	—	—	—
2	0,5	2,5	0,025	0,025	0,05	0,005	0,005	0,01
3	1,0	5,0	0,05	0,05	0,10	0,01	0,01	0,02
4	1,5	8,0	0,08	0,08	0,15	0,016	0,016	0,03
5	2,5	10,0	0,10	0,10	0,25	0,02	0,02	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na 589,0—589,6, K 766,5, Ca 422,7 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен-воздух при введении анализируемых растворов и растворов сравнения. После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование спектра анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей определяемых примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальных массовых долей примесей, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения. После каждого замера распыляют воду.

4.8.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю определяемого элемента в процентах в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля кальция и массовая доля суммы натрия и калия не будут превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.8.3, 4.8.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.9. Определение массовой доли меди, свинца, магния, никеля и цинка

4.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Спектрограф типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем или типа СТЭ-1.

Выпрямитель тока типа ВАЗ-230×70 или любого типа, обеспечивающий получение напряжения 220 В и силу тока до 20 А.

Микрофотометр типа МФ-2, ИФО-451.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-2.

Лампа инфракрасная мощностью 500 Вт.

Спектропроектор типа ПС-18 или ДСП-1.

Пипетка вместимостью 1(2) и 5(10) $см^3$.

Чаша кварцевая по ГОСТ 19908.

Угли фасонные для спектрального анализа марки ос.ч. 7—4 (электроды угольные); нижний электрод (анод) — типа IV, верхний — типа I (для работы в дуге постоянного тока) и угли графитовые для спектрального анализа ос.ч. 7—3, верхний электрод заточен на конус, в нижнем — высверлен цилиндрический канал диаметром 3 мм, глубиной 8 мм (для работы в дуге переменного тока).

Фотопластинки спектральные типа I светочувствительностью 6 ед. или типа ЭС светочувствительностью 8—9 ед.

Кобальт (II) уксуснокислый 4-водный по настоящему стандарту, не содержащий определяемых примесей или с минимальным их содержанием, которое определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочного графика.

Растворы, содержащие 1 $мг/см^3$ Cu, Mg, Ni, Zn и Pb, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 $мг/см^3$ Cu, Pb и Mg.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют; раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия 5-водного и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

Графит порошковый марки ос.ч. 8–4 по ГОСТ 23463.

Допускается применение аналогичной аппаратуры по классу точности не ниже указанной.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.9.2. *Подготовка к анализу*

4.9.2.1. *Приготовление анализируемой пробы*

5,00 г препарата помещают в кварцевую чашку, прокаливают при 350—400 °С в течение 2—3 ч до получения однородной массы черного цвета и тщательно растирают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9.2.2. *Приготовление образцов для построения градуировочных графиков*

В три кварцевые чашки помещают по 5,00 г 4-водного уксуснокислого кобальта (II), не содержащего определяемых примесей или с известным их содержанием, прибавляют указанные в табл. 3 массы определяемых примесей (в виде растворов) и по 5 см³ воды. Тщательно перемешивают, упаривают на кипящей водяной бане досуха и прокаливают на электроплитке до получения однородной массы черного цвета (3—4 ч) или в муфельной печи при 350—400 °С.

Таблица 3

Номер образца	Введено в раствор, мг					Массовая доля примесей в пересчете на препарат, %				
	Cu	Pb	Mg	Ni	Zn	Cu	Pb	Mg	Ni	Zn
1	0,05	0,025	0,25	1,0	0,25	0,001	0,0005	0,005	0,02	0,005
2	0,1	0,075	0,75	2,5	0,5	0,002	0,0015	0,015	0,05	0,01
3	0,3	0,15	1,25	7,5	1,5	0,006	0,003	0,025	0,15	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.9.3. *Проведение анализа*

После обжига электродов и их охлаждения в канал нижнего электрода (анода) набивают смесь 40 мг анализируемой пробы с 40 мг порошкового графита, протыкают стеклянной палочкой и снимают спектрограмму при условиях, указанных ниже.

Сила переменного или постоянного тока, А	8—10
Ширина щели спектрографа, мм	0,010—0,015
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	3,2—5,0
Напряжение, В	220
Время экспозиции, с	45

Так же поступают с образцами для построения градуировочных графиков.

Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз с передвижением кассеты, ставя каждый раз новую пару электродов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9.4. *Обработка результатов*

Фотопластинки со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой. Аналитические линии, нм:

Cu — 327,40;
Pb — 280,20;
Mg — 280,26;
Ni — 300,25;
Zn — 330,26 и 334,50.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS по формуле

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ – почернение линии примеси плюс фона;

$S_{ф}$ – почернение линии фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого элемента.

По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочных графиков для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, на оси ординат – средние арифметические значения разности почернений ($\Delta S'$).

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, относительное значение расхождения между наиболее отличающимися значениями которых не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Примечание. В случае отсутствия 4-водного уксуснокислого кобальта, не содержащего определяемых примесей, допускается проводить определение методом добавок с использованием графического или расчетного варианта.

4.10. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 95 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределами основной погрешности ±0,05 pH.

4.9.4, 4.10. **(Измененная редакция, Изм. № 1. 2).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

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

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 4-водного уксуснокислого кобальта (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата – 3 мес со дня изготовления.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 15.03.79 № 921

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5861—71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	4.3.1, 4.8а.1, 4.8.1	ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.8а.1, 4.8.1, 4.9.1
ГОСТ 83—79	4.9.1	ГОСТ 10398—76	4.2
ГОСТ 84—76	4.9.1	ГОСТ 10555—75	4.7
ГОСТ 1770—74	4.3.1, 4.8а.1, 4.8.1	ГОСТ 10671.4—74	4.4
ГОСТ 3118—77	4.5	ГОСТ 10671.5—74	4.5
ГОСТ 3773—72	4.9.1	ГОСТ 10671.7—74	4.6
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 14261—77	4.9.1
ГОСТ 4160—74	4.9.1	ГОСТ 19627—74	4.9.1
ГОСТ 4212—76	4.8а.1, 4.8.1, 4.9.1	ГОСТ 23463—79	4.9.1
ГОСТ 4233—77	4.2	ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 4461—77	4.7	ГОСТ 25336—82	4.3.1, 4.4
ГОСТ 4517—87	4.10	ГОСТ 25664—83	4.9.1
ГОСТ 5457—75	4.8а.1, 4.8.1	ГОСТ 27025—86	3.1а
		ГОСТ 27068—86	4.9.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ИЗДАНИЕ (декабрь 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1984 г., октябре 1987 г. (ИУС 1—85, 1—88)

Редактор *Л. И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 19.01.2004. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,22.
Тираж 60 экз. С 532. Зак. 45.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru