ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КОБАЛЬТ (II, III) ОКСИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4467—79

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ:

   Г. Г. Горовой, Г. В. Грязнов, Б. И. Желнин, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, Г. А. Иванова, Л. А. Михайлова, А. П. Леньшин, Н. П. Тихомирова, Л. Х. Безпрозванная, Л. Н. Лебедева, З. М. Ривина, Л. В. Кидиярова, И. В. Жарова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17.01.79 № 121**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4467—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.1	ГОСТ 9147—80	4.4
ГОСТ 1770—74	4.4, 4.5.1, 4.6.1	ГОСТ 10398—76	4.2
ГОСТ 3118—77	4.4, 4.5.1, 4.6.1	ГОСТ 10671.4—74	4.3
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 10671.5—74	4.4
ГОСТ 4212—76	4.5.1, 4.6.1	ГОСТ 10929—76	4.5.1
ГОСТ 4461—77	4.4	ГОСТ 25336—82	4.3, 4.4
ГОСТ 4525—77	4.6.1	ГОСТ 27025—86	4.1а
ГОСТ 5457—75	4.5.1, 4.6.1	ГОСТ 29227—91	4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 6709—72	4.4, 4.5.1, 4.6.1		

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 9—89)**

УДК 546.733'732—31—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КОБАЛЬТ (II, III) ОКСИД

Технические условия

ГОСТ 4467—79

Reagents. Cobalt (II, III) oxide. Specifications

ОКП 26 1121 0410 01

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на оксид кобальта (II, III), который представляет собой порошок черного цвета; нерастворим в воде, растворим в смеси соляной и азотной кислот.

Формула Co_3O_4.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 240,80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Оксид кобальта (II, III) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям оксид кобальта (II, III) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1121 0412 10	Чистый (ч.) ОКП 26 1121 0411 00
1. Массовая доля кобальта (Co), %	71—74	71—74
2. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,05	0,1
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,05	0,1
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,01	0,04
5. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,01	0,02
6. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,1	0,2
7. Массовая доля магния (Mg), не более	0,005	0,01
8. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,01	0,03
9. Массовая доля суммы калия и натрия (K + Na), %, не более	0,06	0,1
10. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,03	0,05

Примечание. Для препаратов с массовой долей никеля не более 0,01 % или менее к его квалификации прибавляют слова «с малой массовой долей никеля»: ч.д.а. с малой массовой долей никеля (ОКП 26 1121 0442 04); ч. с малой массовой долей никеля (ОКП 26 1121 0441 05).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Оксид кобальта (II, III) относится к веществам 2-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация ее в воздухе рабочей зоны производственных помещений в пересчете на Со — 0,5 мг/м^3. Превышение предельно допустимой концентрации может вызывать нарушение пищеварения, дыхания, кровеносной системы, а также острый дерматит.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. При проведении анализа препарата с использованием горючих газов следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Массовую долю общего азота изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г и ценой деления 10 мг или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды, весов и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 25 г.

4.2. Определение массовой доли кобальта проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,1000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 10 см^3 смеси концентрированных азотной и соляной кислот (1:3) и нагревают на водяной бане, накрыв колбу часовым стеклом, до полного растворения препарата. Раствор охлаждают, доводят его объем водой до 100 см^3, нейтрализуют по лакмусовой бумаге раствором аммиака с массовой долей 10 %, нагревают до кипения и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса кобальта, соответствующая 1 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм^3, — 0,002947 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,6 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,6 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.3. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4. При этом 1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336) прибора отделения аммиака дистилляцией, прибавляют 50 см^3 воды, нагревают и кипятят в течение 3 мин. Затем раствор охлаждают и далее определение проводят визуально-колориметрическим методом, используя для анализа аликвотную часть отогнанного раствора, содержащую 0,08 г препарата.

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 — 0,04 мг N,
для препарата чистый — 0,08 мг N,
1 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора реактива Несслера.

4.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в выпарительную чашку *3* (ГОСТ 9147), смачивают 1 см³ воды, прибавляют 12 см³ смеси концентрированных азотной (ГОСТ 4461) и соляной (ГОСТ 3118) кислот (1:3), накрывают чашку часовым стеклом и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата. Затем часовое стекло снимают и выпаривают раствор досуха. Сухой остаток растворяют в 50 см³ воды и 0,5 см³ раствора соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу (ГОСТ 1770) вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой.

20 см³ полученного раствора (соответствуют 0,2 г препарата) пипеткой помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ воды (ГОСТ 6709) и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата чистый для анализа — 0,1 мг SO_4,
для препарата чистый — 0,2 мг SO_4,
20 см³ раствора препарата, не содержащего SO_4, и 3 см³ раствора крахмала.

Раствор препарата, не содержащий SO_4, готовят следующим образом: 1,00 г препарата помещают в выпарительную чашку *3*, смачивают 1 см³ воды, прибавляют 12 см³ смеси концентрированных азотной и соляной кислот (1:3), чашку накрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата. Затем часовое стекло снимают и выпаривают раствор досуха. Сухой остаток растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты и 50 см³ воды, после этого переносят в мерную колбу (ГОСТ 1770) вместимостью 100 см³, прибавляют 15 см³ раствора хлористого бария, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и оставляют на 12—16 ч. Затем раствор фильтруют через плотный обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой.

4.1—4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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

4.5.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Лампа с полым катодом ЛСП на Mg, Ni, Cu, Fe.

Лампа безэлектродная высокочастотная ВСБ — Zn, Cd с источником питания ППБЛ-3 или лампа с полым катодом ЛСП — Zn.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

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

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., концентрированная и раствор с массовой долей 0,004 %.

Растворы, содержащие Ni, Zn, Mg, Fe и Cu, готовят по ГОСТ 4212: соответствующим разбавлением раствором соляной кислоты с массовой долей 0,004 % и смешением получают раствор с концентрацией 0,2 мг/см³ Ni, 0,01 мг/см³ Mg, 0,02 мг/см³ Zn, 0,02 мг/см³ Cu — раствор А и раствор с концентрацией 0,1 мг/см³ Fe — раствор Б.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Для проведения анализа и хранения реактивов применяют полиэтиленовую или кварцевую посуду.

4.5.2. *Подготовка к анализу*

Анализируемые растворы для определения массовой доли меди, никеля, магния и цинка готовят следующим образом: 0,50 г препарата помещают в мерную колбу и растворяют при нагревании

в 5 см³ воды и 6 см³ концентрированной соляной кислоты, прибавляя в процессе растворения три капли пероксида водорода. Затем раствор охлаждают, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Растворы сравнения для определения массовой доли меди, никеля, магния и цинка готовят следующим образом: в пять мерных колб помещают по 20 см³ воды и указанные в табл. 2 объемы раствора А. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см³	Масса добавок в 100 см³ раствора сравнения, мг				Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %			
		Ni	Mg	Zn	Cu	Ni	Mg	Zn	Cu
1	2	0,4	0,02	0,04	0,04	0,08	0,004	0,008	0,008
2	3	0,6	0,03	0,06	0,06	0,12	0,006	0,012	0,012
3	4	0,8	0,04	0,08	0,08	0,16	0,008	0,016	0,016
4	5	1,0	0,05	0,1	0,1	0,2	0,01	0,02	0,02
5	7,5	1,5	0,075	0,15	0,15	0,3	0,015	0,03	0,03

Для определения массовой доли железа в четыре мерные колбы помещают по 1,00 г препарата и растворяют при нагревании в 5 см³ воды и 10 см³ концентрированной соляной кислоты, прибавляя в процессе растворения три капли пероксида водорода. Растворы охлаждают и прибавляют указанные в табл. 3 объемы раствора Б. Затем объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см³	Масса Fe в 100 см³ раствора сравнения, мг	Массовая доля Fe в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	1	0,1	0,1
3	2	0,2	0,2
4	4	0,4	0,4

4.5.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитические линии, нм: Zn—213,9; Mg—285,2; Cu—324,7; Ni—232,0; Fe—248,3.

При определении магния устанавливают восстановительное пламя, т. е. соотношение ацетилен-воздух такое, что при увеличении расхода ацетилена пламя становится коптящим.

Определение примесей цинка, магния, меди и никеля проводят методом растворов сравнения. При этом распыляют последовательно в пламя растворы сравнения, в порядке возрастания концентрации определяемых элементов, и анализируемые растворы — 2—3 раза. Затем вычисляют среднее арифметическое значение поглощения в процентах для каждого раствора.

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

4.5.4. *Обработка результатов*

Для определения массовой доли цинка, магния, меди и никеля по полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат процентное значение поглощения, на оси абсцисс — массовую долю определяемого элемента в процентах в пересчете на препарат.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

Для определения массовой доли железа по полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат оптические плотности D_A, на оси абсцисс — массовую долю железа в процентах в пересчете на препарат.

Массовую долю железа находят экстраполяцией графика до пересечения с осью абсцисс.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.5.1—4.5.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.6. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

4.6.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

Спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора УМ-2) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка газовая.

Распылитель.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525, дважды перекристаллизованный, проверенный на содержание натрия, калия и кальция методом добавок (найденное количество примесей учитывают при приготовлении растворов сравнения); раствор с массовой долей 15 % — раствор А.

Растворы, содержащие Na, K, Ca, готовят по ГОСТ 4212: соответствующим разбавлением и смешением готовят раствор с концентрацией Na, K и Ca по 0,1 мг/см^3 — раствор Б.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.6.2. *Подготовка к анализу*

4.6.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

0,50 г препарата помещают в мерную колбу и растворяют при нагревании в 5 см^3 воды и 5 см^3 соляной кислоты. После растворения объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.6.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В шесть мерных колб помещают по 10 см^3 раствора А (соответствуют 1,5 г 6-водного хлористого кобальта) и указанные в табл. 4 объемы раствора Б. Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см^3	Масса каждого элемента (Na, K, Ca) в 100 см^3 раствора сравнения в виде добавок, мг	Массовая доля в растворе сравнения каждого элемента (Na, K, Ca) в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	1	0,1	0,02
3	2	0,2	0,04
4	3	0,3	0,06
5	5	0,5	0,1
6	6	0,6	0,12

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.6.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий, нм: Na—589,0—589,6, K—766,5, Ca — 422,6, возникающих в спектре пламени ацетилен — воздух, при введении анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование спектров анализируемого раствора 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 для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения. После каждого замера распыляют воду.

4.6.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, а 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 суммарная массовая доля натрия и калия не будут превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.6.2.1, 4.6.2.2, 4.6.3, 4.6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Оксид кобальта (II, III) упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

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

Группа фасовки: 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 оксида кобальта (II, III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления.

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

Редактор *Т. А. Леонова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *Т. Ф. Кузнецовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.06.98. Подписано в печать 12.08.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80.
Тираж 166 экз. С/Д 5958. Зак. 633.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru