ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КОБАЛЬТ (II) СЕРНО-КИСЛЫЙ 7-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4462—78

Издание официальное

БЗ 5—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.732'226-41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КОБАЛЬТ (II) СЕРНО-КИСЛЫЙ 7-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4462—78

Reagents. Cobalt (II)-sulphate heptahydrate. Specification

ОКП 26 2222 0360 07

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на 7-водный серно-кислый кобальт (II), представляющий собой розовокрасные кристаллы, медленно растворимые в воде.

Формула $CoSO_4 \cdot 7H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 281,09.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 7-водный серно-кислый кобальт (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 7-водный серно-кислый кобальт (II) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© Издательство стандартов, 1993
Переиздание с изменением

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а) ОКП 26 2222 0362 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2222 0361 00
1. Массовая доля 7-водного серно-кислого кобальта (II) ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$), %	99,5—102,0	99,0—102,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,01
3. Массовая доля азота (N), %, не более	0,05	0,05
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,003
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,005
6. Массовая доля суммы калия и натрия (K+Na), %, не более	0,015	0,05
7. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,03
8. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,005	0,1
9. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,001	0,005
10. Массовая доля цинка (Zn), % не более	0,002	0,002
11. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,001	0,005
12. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	3—5	3—5

Примечание. Препарату квалификации «чистый» с массовой долей не более 0,005 % Ni присваивается название квалификации «чистый без никеля» (ОКП 26 2222 0371 04).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовую долю кальция и цинка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании используют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Определение массовой доли 7-водного серно-кислого кобальта проводят по ГОСТ 10398—76.

При этом 2,5000 г препарата помещают в мерную колбу (ГОСТ 1770—74) вместимостью 250 см³, растворяют в воде, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора помещают пипеткой (ГОСТ 29227—91) в коническую колбу (ГОСТ 25336—82) вместимостью 250 см³, прибавляют около 75 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Масса 7-водного серно-кислого кобальта, соответствующая 1 мл раствора ди-Na-ЭДТА концентрации c(ди-Na-ЭДТА) = =0,05 моль/дм³ равна 0,014055 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности P=0,95.

3.1; 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий ТФ-ПОР 10(16) по ГОСТ 25336—82.

Стакан В(Н)-1—400 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 250 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор на водяной бане в течение 1 ч.

Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 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 — 1,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % для препарата чистый для анализа и ±15 % для препарата чистый при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.4. Определение массовой доли азота проводят по ГОСТ 10671.4—74.

При этом 0,50 г препарата помещают в колбу (К-2—250——34 ТХС по ГОСТ 25336—82) прибора для отделения аммиака дистилляцией, прибавляют воду и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом, используя для анализа аликвотную часть отогнанного раствора, соответствующую 0,05 г препарата.

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

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

3.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу (ГОСТ 1770—74) вместимостью 25 см³, растворяют в 15 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом (способ 1), измеряя значение оптической плотности по отношению к контрольному раствору, содержащему в таком же объеме 1,00 г препарата и 1,0 см³ раствора азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,03 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25 % среднего арифметического для препарата чистый для анализа и 10 % для препарата чистый.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % для препарата чистый для анализа и ±10 % для препарата чистый.

Допускается проводить определение визуально-нефелометрическим методом (способ 2). При этом в контрольный раствор и в растворы сравнения вводят освобожденный от хлоридов раствор, который готовят следующим образом: 4,00 г препарата растворяют в 60 см³ воды, прибавляют 8,0 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 4,0 см³ раствора азотнокислого серебра. Раствор 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 раствора сравнения берут 18 см³ фильтрата.

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

3.6. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555—75.

При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³ и проводят отделение железа в виде гидроокиси раствором аммиака в присутствии хлористого аммония. Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Промытый осадок растворяют на фильтре 2 см³ горячего раствора соляной кислоты. Фильтрат и промывные воды, содержащие примесь Fe, собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

При необходимости в результат анализа вводят поправку на массу железа в применяемых количествах реактивов, определяемую контрольным опытом.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 % среднего арифметического для препарата чистый для анализа и 10 % для препарата чистый.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % для препарата чистый для анализа и ±20 % для препарата чистый при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3.1—3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.7. Определение массовой доли калия, натрия и кальция

3.7.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»; допускается примене-

ние других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка.

Распылитель.

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 29227—91.

Кобальт (II) серно-кислый 7-водный по настоящему стандарту, дважды перекристаллизованный, проверенный на содержание натрия, калия и кальция по методу добавок (найденные массы примесей учитывают при приготовлении растворов сравнения); раствор с массовой долей 5 % — 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.

3.7.2. *Подготовка к анализу*

1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Приготовление растворов сравнения.

В пять мерных колб помещают по 25 см³ воды, по 25 см³ раствора А (соответствуют 1 г препарата) 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, см³	Масса примесей на 100 см³ раствора сравнения, мг			Массовая доля примесей 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

3.7.1; 3.7.2. (Измененная редакция, Изм. № 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*

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

Массовые доли натрия, калия и кальция можно определять методом ограничивающих растворов; при этом проводят фотометрирование спектров двух растворов сравнения и анализируемого раствора. Масса определяемого элемента в одном из растворов сравнения должна быть меньше, а в другом — больше, чем в анализируемом растворе.

В этом случае массовую долю натрия, калия, кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\left[m_1+\frac{(m_2-m_1)\cdot(A-A_1)}{A_2-A_1}\right]\cdot\frac{100}{1000\cdot m},$$

где m_1 и m_2 — массы определяемого элемента в 100 см³ растворов сравнения, мг $(m_2>m_1)$;

A — значение интенсивности излучения для анализируемого раствора;

A_1 и A_2 — значения интенсивности излучения для растворов сравнения;

m — масса навески препарата, 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 результатов двух параллельных определений, относительное расхож-

дение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

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

3.8. Определение массовой доли цинка и магния

Определение проводят по ГОСТ 22001—87.

Анализируемый раствор сохраняют для определения массовой доли никеля и меди по п. 3.9.

3.7.4; 3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.9. Определение массовой доли никеля и меди

3.9.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Лампы с полым катодом ЛСП-Ni и ЛСП-Cu.

Колбы 2—25—2 и 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227—91.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Растворы, содержащие Cu и Ni, готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением и смешением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см³ Ni и 0,01 мг/см³ Cu — раствор А.

3.9.2. *Подготовка к анализу*

Приготовление анализируемого раствора

Используют анализируемый раствор, приготовленный по п. 3.8.

Приготовление растворов сравнения

Для определения примесей методом растворов сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают по 20 см³ воды и указанные в табл. 3 объемы раствора А. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения методом добавок никеля с массовой долей 0,005 %, и меди с массовой долей 0,001 % в мерные колбы вместимостью 25 см³ помещают по 2,50 г препарата и указанные в табл. 4 объемы раствора А. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.3. *Проведение анализа и обработка результатов*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора, А, см³	Масса примесей на 100 см³ раствора сравнения, мг		Массовая доля примесей в растворе сравнения в пересчете на препарат, %	
		Ni	Cu	Ni	Cu
1	2	0,2	0,02	0,02	0,002
2	5	0,5	0,05	0,05	0,005
3	10	1,0	0,10	0,10	0,010

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см³	Масса примесей в 25 см³ раствора сравнения, мг		Массовая доля примесей в растворе сравнения в пересчете на препарат, %	
		Ni	Cu	Ni	Cu
1	0	—	—	—	—
2	1,25	0,125	0,0125	0,005	0,0005
3	2,5	0,25	0,025	0,010	0,0010

Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитические линии, нм: Ni — 232,0, Cu — 324,7.

При определении массовой доли никеля и меди методом растворов сравнения последовательно распыляют пламя растворы сравнения в порядке возрастания массовых долей определяемых элементов и анализируемые растворы — по 2—3 раза. После каждого замера распыляют воду. Затем вычисляют среднее арифметическое значение поглощения *(П)* в процентах для каждого раствора. По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения поглощения в процентах, на оси абсцисс — массовую долю примесей в пересчете на препарат в процентах.

Массовую долю никеля и меди в препарате в процентах находят по графику.

При определении массовой доли никеля и меди методом добавок растворы сравнения распыляют последовательно в пламя по 2—3 раза и измеряют поглощение аналитических линий Ni и Cu. Вычисляют среднее арифметическое значение поглощения *(П)* в процентах для каждого раствора.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значение поглощения в процентах, а на оси абсцисс — массовую долю добавок в пересчете на препарат в процентах.

Массовую долю никеля и меди в препарате в процентах 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 15 %.

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

3.10. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %.

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 со стеклянным электродом или на другом приборе с аналогичными метрологическими характеристиками.

3.9.1—3.10. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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 и 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VII (до 40 кг).

(Измененная редакция, Изм. № 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, при температуре не выше 41,5 °С.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 7-водного сернокислого кобальта (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

5.1; 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 7-водный серно-кислый кобальт может вызывать нарушения пищеварения, дыхания, кровеносной системы, а также острый дерматит.

2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты, а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускается попадание препарата внутрь организма и на кожу.

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

6.2; 6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.4. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16.05.78 № 1304

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4462—68**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	3.2; 3.3.1; 3.5; 3.7.1; 3.9.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1, 4.1
ГОСТ 4212—76	3.7.1; 3.9.1
ГОСТ 4517—87	3.10
ГОСТ 5457 -75	3.7.1; 3.9.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.7.1; 3.9.1
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10555—75	3.6
ГОСТ 10671.4- 74	3.4
ГОСТ 10671.7—74	3.5
ГОСТ 22001—87	3.8
ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.2; 3.3.1; 3.4; 3.10
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 29227—91	3.2; 3.7.1; 3.9.1

5. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 3—93 от 18.02.93)

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (апрель 1993 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1988 г. (ИУС 3—89)

Редактор *А. Л. Владимиров*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Л. Я. Митрофанова*

Сдано в наб. 29.07.93. Подп. к печ. 02.09.93. Усл. п. л. 0,93. Усл. кр.-отт. 0,93. Уч.-изд. л. 0,73. Тираж 921 экз. С 565

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1658

gost.e-ecolog.ru