



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

РЕАКТИВЫ

КОБАЛЬТ ХЛОРИСТЫЙ 6-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4525—77

Издание официальное

Б3 6—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

Реактивы

КОБАЛЬТ ХЛОРИСТЫЙ 6-ВОДНЫЙ

ГОСТ
4525—77

Технические условия

Reagents. Cobalt chloride hexahydrate. Specifications

ОКП 26 2222 0190, ОКП 26 3842 0250

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на 6-водный хлористый кобальт, представляющий собой красно-фиолетовые кристаллы, легкорастворимые в воде и этиловом спирте.

Формула $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 237,93.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

Допускается изготовление 6-водного хлористого кобальта по ИСО 6353/3—87 (Р.55) (см. приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1—82 (см. приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 6-водный хлористый кобальт должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 6-водный хлористый кобальт должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

ГОСТ 4525-77 С. 2

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3842 0252 03	Чистый (ч.) ОКП 26 2222 0191 06
1. Массовая доля 6-водного хлористого кобальта ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), %, не менее	99,0	98,0
2. Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более	0,01	0,01
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,04	0,05
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,002
6. Массовая доля калия и натрия (K + + Na), %, не более	0,015	0,03
7. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,01	0,03
8. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,05	0,15
9. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,001	0,005
10. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,002	0,005
11. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,02
12. pH раствора препарата с массовой долей 5%	3—5	3—5

П р и м е ч а н и е:

Препаратуре с массовой долей никеля не более 0,005% присваивают квалификации: чистый (ч.) без никеля (ОКП 26 2222 0201 10) и чистый для анализа (ч. д. а.) без никеля (ОКП 26 3842 0262 01).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 6-водный хлористый кобальт может вызывать токсические явления: потерю аппетита, рвоту, покраснение лица и конечностей, а также острый дерматит.

2а.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.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом,

С. 3 ГОСТ 4525-77

должны быть оборудованы постоянно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.4. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

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 должна быть не менее 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Определение массовой доли 6-водного хлористого кобальта

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 3,5000 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в воде, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Масса 6-водного хлористого кобальта, соответствующая 1 см³ раствора ди-На-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ (0,05 М), равна 0,011896 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 $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с массовой долей 25%, готовят по ГОСТ 4517-87.

Стакан В-1-400 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Тигель ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336-82.

Цилиндры 1-10-2 и 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770-74.

3.3.2. *Проведение анализа*

25,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 250 см³ дистиллированной воды и прибавляют 2 см³ раствора соляной кислоты. 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°C до постоянной массы.

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

для препарата "чистый для анализа" — 2,5 мг,

для препарата "чистый" — 2,5 мг.

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

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4-74. 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см³ полученного раствора (соответствуют 0,10 г препарата) помещают в колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией, прибавляют воду и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата "чистый для анализа" — 0,04 мг,

C. 5 ГОСТ 4525-77

для препарата "чистый" — 0,05 мг.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом навеску препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 25 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (из навески 0,50 г) или визуально-нефелометрическим (способ 1, из навески 1,00 г) методом.

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

для препарата "чистый для анализа" из навески 0,50 г — 0,025 мг, из навески 1,00 г — 0,05 мг;

для препарата "чистый" из навески 0,50 г — 0,050 мг, из навески 1,00 г — 0,10 мг.

При визуально-нефелометрическом методе для приготовления растворов сравнения готовят раствор, не содержащий SO₄.

Для этого 3,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 60 см³ воды, прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения, прибавляют 9 см³ раствора хлористого бария и оставляют на 18—20 ч. Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", тщательно промытый горячей водой. Для приготовления каждого раствора сравнения берут 24 см³ фильтрата.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом с предварительным отделением железа в виде гидроокиси раствором аммиака в присутствии хлористого аммония.

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

для препарата "чистый для анализа" — 0,010 мг,

для препарата "чистый" — 0,040 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реагентов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси железа в результат анализа вносят поправку.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрофотометра ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотомножителем или спектрофотометр "Сатурн"; допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичную чувствительность и точность.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 6—2—5 и 2—2—20 по НТД.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Горелка.

Распылитель.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.

Кобальт хлористый 6-водный по настоящему стандарту, дважды перекристаллизованный, проверенный на содержание натрия, калия и кальция по методу добавок (найденные содержания примесей учитываются 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 готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³ Na, K и Ca — раствор Б.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7.2. Подготовка к анализу

3.7.2.1. Приготовление анализируемого раствора

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

3.7.2.2. Приготовление растворов сравнения

В пять колб помещают по 25 см³ воды, по 20 см³ раствора А

С. 7 ГОСТ 4525—77

(соответствуют 1 г 6-водного хлористого кобальта) и указанные в табл. 2 объемы раствора Б. Затем объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см ³	Масса каждого элемента (Na, K, Ca), введенная в 100 см ³ раствора сравнения, мг	Массовая доля в растворе сравнения каждого элемента (Na, K, Ca) в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	0,5	0,05	0,005
3	1	0,1	0,01
4	3	0,3	0,03
5	5	0,5	0,05

3.7.2.1, 3.7.2.2. (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 растворов проб и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примеси натрия, кальция и калия.

Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое значение показаний, учитывая в качестве поправки отчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения.

После каждого измерения распыляют воду.

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значение интенсивности излучения на оси ординат, массовые доли примесей в пересчете на препарат в процентах — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

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 $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.7.4. (Исключен, Изм. № 2).

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

3.8.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, обеспечивающий чувствительность определения $Zn = 0,04 \text{ мкг}/\text{см}^3$, $Mg = 0,01 \text{ мкг}/\text{см}^3$, $Ni = 0,05 \text{ мкг}/\text{см}^3$ и $Cu = 0,05 \text{ мкг}/\text{см}^3$ на 1% поглощения.

Лампы с полым катодом типа ЛСП-1 на магний, никель, медь.

Лампа безэлектродная высокочастотная типа ВСБ-2 или ЛСП-1 на цинк, кадмий.

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

Пипетки 6—2—10(5) и 4(5)—2—2(1) по НТД.

Цилиндр 2—10 и 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, деминерализованная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор молярной концентрации $c (HCl) = 8 \text{ моль}/\text{дм}^3$ (8 н.).

Растворы, содержащие Ni , Zn , Mg , Cu ; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации $0,05 \text{ мг}/\text{см}^3$ Zn ; $0,04 \text{ мг}/\text{см}^3$ Cu ; $0,01 \text{ мг}/\text{см}^3$ Mg и $0,4 \text{ мг}/\text{см}^3$ Ni — раствор А.

Раствор массовой концентрации $0,1 \text{ мг}/\text{см}^3$ Ni ; готовят соответствующим разбавлением основного раствора — раствор Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8.2. *Подготовка к анализу*

3.8.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

При определении примесей методом растворов сравнения 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

При определении никеля методом добавок по норме 0,005% 2,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3 , растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

Для определения примесей методом растворов сравнения в мер-

С. 9 ГОСТ 4525—77

ные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают по 20 см³ воды и раствор А в объемах, указанных в табл. 3.

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Т а б л и ц а 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см ³	Масса добавок, введенная в 100 см ³ раствора сравнения, мг				Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %			
		Ni	Zn	Mg	Cu	Ni	Zn	Mg	Cu
1	0,5	0,2	0,025	0,005	0,02	0,02	0,0025	0,0005	0,002
2	1	0,4	0,05	0,01	0,04	0,04	0,005	0,001	0,004
3	2	0,8	0,1	0,02	0,08	0,08	0,01	0,002	0,008
4	3	1,2	0,15	0,03	0,12	0,12	0,015	0,003	0,012
5	4	1,6	0,2	0,04	0,16	0,16	0,02	0,004	0,016
6	6	2,4	0,3	0,06	0,24	0,24	0,03	0,006	0,024

Для определения никеля методом добавок по норме 0,005% в мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая помещают по 2,50 г препарата и объем раствора Б, указанный в табл. 4.

Т а б л и ц а 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см ³	Масса никеля, введенная в 25 см ³ раствора сравнения, мг	Массовая доля никеля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	0,5	0,05	0,002
3	1,25	0,125	0,005
4	2,5	0,250	0,010

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.2.1, 3.8.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.3. Проведение анализа и обработка результатов

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в ацетилено-воздушном пламени, используя аналитические линии, нм:

Zn — 213,9,

Mg — 285,2,

Ni — 232,0,

Cu — 324,7.

3.8.3.1. При определении примесей методом растворов сравнения распыляют последовательно в пламя растворы сравнения, в порядке

возрастания концентрации определяемых элементов, и анализируемые растворы по 2—3 раза. После каждого измерения распыляют воду.

Затем вычисляют среднее арифметическое значение поглощения в процентах для каждого раствора (соответствующего оптической плотности D_A).

При определении цинка наблюдается неатомное поглощение аналитической линии, значение которого измеряют при распылении анализируемых растворов и использовании нерезонансной линии кадмия 214,4 нм, излучаемой лампой ВСБ — Zn, Cd.

Значение оптической плотности D_A , соответствующее атомному поглощению, вычисляют по формуле

$$D_A = D_{A+N} - D_N,$$

где D_{A+N} — сумма оптических плотностей, соответствующих атомному и неатомному поглощению;

D_N — оптическая плотность, соответствующая неатомному поглощению линии.

По полученным значениям строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность — массовая доля определяемых примесей в пересчете на препарат в процентах.

С помощью графика по найденным значениям D_A для анализируемого раствора находят массовую долю примеси.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.3.2. При определении никеля методом добавок растворы, приготовленные по пп. 3.8.2.2, распыляют последовательно в пламя по 2—3 раза. Находят оптические плотности (D_A, D_{N1}, D_{N2}) ,

где D_A — оптическая плотность для анализируемого раствора; D_{N1} , D_{N2} — оптические плотности для анализируемого раствора с добавками, соответствующие атомному поглощению.

Строят график зависимости оптической плотности от массовой доли добавки в пересчете на препарат в процентах. Массовую долю никеля 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 20%.

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

С. 11 ГОСТ 4525—77

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.9. Определение рН раствора препарата с массовой долей 5%

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), и измеряют рН раствора на универсальном иономере ЭВ-74.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ рН при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Препарат перевозят 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 6-водного хлористого кобальта 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).

Разд. 6 (Исключен, Изм. № 1).

РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Часть 3. Технические условия. Вторая серия

ИСО 6353-3-87

Р.55. Шестиводный гидрат хлорида кобальта (II)
 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Относительная молекулярная масса: 237,93
Р.55.1. Технические требования

Массовая доля 6-водного хлористого кобальта ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), %	не менее	99
Массовая доля веществ, не растворимых в воде, %, не более		0,01
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более		0,01
Массовая доля веществ, не осаждаемых сульфидом аммония, %, не более		0,25
Массовая доля меди (Cu), %, не более		0,001
Массовая доля никеля (Ni), %, не более		0,05
Массовая доля цинка (Zn), %, не более		0,002

Р.55.2. Проведение испытаний

Р.55.2.1. Определение массовой доли 6-водного хлористого кобальта

Около 1 г образца взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г и растворяют в 300 см³ воды.К полученному раствору прибавляют 4 г гидроксиамина гидрохлорида и 25 см³ раствора аммиака с массовой долей 25%. Титруют при 80°C раствором ди-На-ЭДТА концентрации точно с (ди-На-ЭДТА) = 0,1 моль/дм³, используя смесь метилтимолового синего до перехода окраски от синей к розовой.1,00 см³ раствора ди-На-ЭДТА концентрации с (ди-На-ЭДТА) = 0,100 моль/дм³ соответствует 0,02379 г $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Р.55.2.2. Определение массовой доли веществ, не растворимых в воде

10 г образца анализируют в соответствии с ОМ 1*.

Масса остатка не должна превышать 1 мг.

Р.55.2.3. Определение массовой доли сульфатов

10 г образца растворяют в 100 см³ воды, фильтруют в стакан, прибавляют 1 см³ соляной кислоты и нагревают до кипения на водяной бане. Прибавляют 1,5 г 2-водного хлористого бария, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на водяной бане в течение 2 ч, а затем оставляют на 12 ч. Если выпадает осадок, его отфильтровывают, тщательно промывают и прокаливают при (800±25)°С.

Масса осадка не должна превышать более чем на 2,4 мг массу, полученную при проведении контрольного опыта.

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

С. 13 ГОСТ 4525—77

P.55.2.4. *Определение массовой доли веществ, не осаждаемых сульфидом аммония*

2 г образца растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 1 г хлористого аммония и 5 см³ раствора аммиака с массовой долей 25%, разбавляют водой до 90 см³; пропускают сероводород до полного осаждения кобальта. Разбавляют водой до 100 см³, хорошо перемешивают и фильтруют. 50 см³ прозрачного фильтрата упаривают почти досуха во взвешенной посуде. Охлаждают, добавляют 0,05 см³ серной кислоты, осторожно прокаливают до улетучивания избытка солей и кислот. В конце прокаливают при (800±25)°С в течение 15 мин.

Масса остатка не должна превышать 2,5 мг.

P.55.2.5. *Определение массовой доли меди, никеля и цинка*

Определение проводят в соответствии с ОМ 29* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Cu	5	Воздух—ацетилен	324,7
Ni	0,5		232,0
Zn	5		213,9

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Обязательное

РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Часть 1. Общие методы испытаний (ОМ) ИСО 6353-1—82

5.1. Определение массовой доли веществ, не растворимых в воде (ОМ 1)

Указанную навеску испытуемого вещества растворяют насколько это возможно в подходящем объеме кипящей воды, охлаждают и фильтруют через стеклянный пористый фильтр № 40 (диаметр пор 16—40 мкм), предварительно высушенный в течение 1 ч при (105±2)°С, охлажденный в экскаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок промывают на фильтре водой, высушивают в течение 1 ч при (105±2)°С, охлаждают в экскаторе и затем вновь взвешивают с точностью до 0,1 мг. Разность результатов взвешиваний дает массу остатка.

5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29).

5.29.1. О б щ и е у к а з а н и я

Испытуемый образец или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник излучения, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

5.29.2. М е т о д и к а

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Метод состоит в том, что определение осуществляют для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация, приводятся в описаниях, относящихся к определенному конкретному реагенту.

Приложения 1, 2 (Введены дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова (руководитель темы), И.Л. Роттенберг (руководитель темы), Л.Д. Комиссаренко, И.В. Жарова, Г.Д. Тарунтаева, Л.Д. Кидиярова, И.В. Галич, М.Б. Недув (руководитель темы), В.А. Бойко, В.Н. Сологуб, А.А. Гришина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19.12.77 № 2929

3. Срок проверки — 1996 г.

Периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт предусматривает прямое применение разд. 55 международного стандарта ИСО 6353-3—87 "Реактивы для химического анализа. Часть 3. Технические условия. Вторая серия" и международного стандарта ИСО 6353-1—82 "Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний"

5. ВЗАМЕН ГОСТ 4525—68

С. 15 ГОСТ 4525—77

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 3118—77	3.3.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4212—76	3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 4517—87	3.3.1, 3.9
ГОСТ 5457—75	3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10555—75	3.6
ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 25336—82	3.3.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

7. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 26.12.91 № 2129

8. Переиздание (февраль 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1987 г., декабре 1991 г. (ИУС 7—87, 4—92)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябова*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 17.06.96. Подписано в печать 04.09.96.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,87. Тираж 217 экз. С 3776. Зак. 408.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”
Москва, Лялин пер., 6.