Изменение № 2 ГОСТ 4525—77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2129

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта на английском языке изложить в новой редакции: «Reagents. Cobalt chloride hexahydrate. Specifications».

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив—»;

третий абзац перед словом «Молекулярная» дополнить словом: «Относительная»; заменить дату: 1971 на 1985;

дополнить абзацами. «Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Продолжение см. с. 176)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77)

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)».

Пункт 1.2. Таблица 1. Примечание 2 исключить.

Пункт 2а.3. Заменить слово: «общей» на «постоянно действующей».

Пункт 3.1. Заменить значение: 340 на 200.

Пункт 3.1а. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «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».

(Продолжение см. с. 177)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77)

Пункт 3 2 дополнить абзацами: «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 ± 0,5 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 3 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72»;

дополнить абзацем (после первого): «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517—87»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Цилиндры 1—10—2 и 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3 3 2. Первый абзац. Заменить слово: «кипящей» на «водяной»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 3.4. Второй абзац. Заменить слова: «в круглодонную колбу» на «в колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией».

Пункт 3 6. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции «Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$»;

третий, четвертый абзацы. Заменить значения: 0,01 на 0,010; 0,04 на 0,040

Пункт 3 7. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.7.1. Третий абзац. Заменить обозначение: 6(7)—2—5 на 6—2—5;

четвертый абзац. Заменить обозначение: 1—25 на 1(3)—25;

предпоследний абзац. Заменить слова: «получают раствор, содержащий по 0,1 мг/мл» на «готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/$см^3$».

Пункт 3 7.3 изложить в новой редакции:

«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 отсчет, 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 арифмегическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

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

Пункт 3 7 1 исключить.

Пункт 3 8 1. Пятый абзац. Заменить обозначение: 6(7)—2—10(5) на 6—2—10(5);

шестой абзац Заменить обозначение: 1—25 на 1(3)—25;

десятый абзац. Заменить слова: «раствор концентрации» на «раствор молярной концентрации»;

(Продолжение см. с. 178)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77)

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «раствор концентрации» на «раствор массовой концентрации»;

последний абзац. Заменить слова: «концентрации» на «массовой концентрации».

Пункт 3.8 3.2. Предпоследний абзац. Заменить слово: «независимости» на «зависимости»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P=0{,}95$».

Пункт 3.9. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

исключить слова: «или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 pH»;

дополнить абзацем. «Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ±0,1 pH при доверительной вероятности $P=0{,}95$».

Пункт 4.1. Третий абзац дополнить обозначением: VII.

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Обязательное

ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа.

Часть 3. Технические условия. Вторая серия»

Р 55. **Шестиводный гидрат хлорида кобальта (II)**
$CoCl_2 \cdot 6H_2O$

Относительная молекулярная масса: 237,93

Р 55.1. Технические требования

Массовая доля 6-водного хлористого кобальта ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$), %, 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 гидроксиламина гидрохлорида и 25 см³ раствора аммиака с массовой долей 25 %. Титруют при 80 °С раствором ди-Na-ЭДТА концентрации точно c(ди-Na-ЭДТА) = 0,1 моль/дм³, используя смесь метилтимолового синего до перехода окраски от синей к розовой.

1,00 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации c(ди-Na-ЭДТА) = 0,100 моль/дм³ соответствует 0,02379 г $CoCl_2 \cdot 6H_2O$.

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*

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

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.

Р.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.

Р.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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа
Часть 1. Общие методы испытаний (ОМ)»

5 1 **Определение массовой доли веществ, не растворимых в воде (ОМ 1)**

(Продолжение см. с. 180)

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 эксикаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок промывают на фильтре водой, высушивают в течение 1 ч при (105±2) °С, охлаждают в эксикаторе 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 Общие указания

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.

5.29.2. Методика

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 реактиву».

(ИУС № 4 1992 г.)