

Изменение № 2 ГОСТ 741.1—80 Кобальт. Методы определения кобальта

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.11.91 № 1800

Дата введения 01.05.92

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает электрогравиметрический метод определения кобальта при массовой доле до 98,00 % и расчетный метод при массовой доле кобальта свыше 98,00 %».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 25086—81 на ГОСТ 25086—87.

(Продолжение см. с. 24)

(Продолжение изменения к ГОСТ 741.1—80)

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.1.3, 1.1.4: «1.1.3. Контроль точности результатов анализа осуществляют по стандартным образцам любой категории, по синтетическим смесям и методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87.

Периодичность проведения контроля точности результатов анализа по нормативно-технической документации.

1.1.4. Допускается проводить анализы другими методами, обеспечивающими точность определений в пределах, установленных данными стандартами.

В случае разногласий анализы следует выполнять методами, изложенными в стандартах».

(Продолжение см. с. 25)

Пункты 1.2.2—1.2.4 изложить в новой редакции: «1.2.2. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны, выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль за содержанием следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Министерством здравоохранения СССР, или по методикам, соответствующим ГОСТ 12.1.016—79.

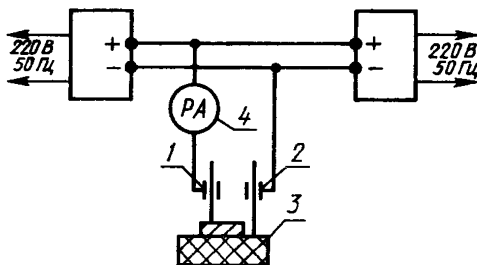
1.2.3. Утилизация, удаление и обезвреживание отходов от производства анализов — по нормативно-технической документации.

1.2.4. Все лица, связанные с анализом кобальта, должны быть обеспечены специальной одеждой и другими индивидуальными средствами защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим, утвержденные Госкомтруд СССР».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2.6: «1.2.6. Лабораторные помещения должны обеспечиваться приточно-вытяжной вентиляцией, соответствующей ГОСТ 12.4.021—75, и бытовыми помещениями, соответствующими требованиям СНиП 2.09.04—87».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции: «2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для электролиза (чертеж).



1, 2 — цанговый зажим; 3 — платиновые сетчатые электроды (комплект); 4 — амперметр

Электроды платиновые сетчатые по ГОСТ 6563—75.

Мешалка механическая или магнитная.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы 1:1, 1:10.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, перегнанный.

Аммиак серноокислый по ГОСТ 3769—78.

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841—74.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор 500 г/дм³.

Нитрозо-Р-соль, раствор 1 г/дм³.

Кобальт металлический по ГОСТ 123—78.

Стандартные растворы кобальта.

Раствор А: 0,5000 г металлического кобальта марки КО растворяют в 15 см³ раствора азотной кислоты, после растворения навески добавляют 15 см³ серной кислоты (1:1) и выпаривают до паров серного ангидрида. Соли растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой. 1 см³ раствора А содержит 1·10⁻³ г кобальта.

(Продолжение см. с. 26)

Раствор Б: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой. Готовят в день применения.

1 см³ раствора Б содержит $1 \cdot 10^{-5}$ г кобальта.

Пункт 2.3. По всему тексту заменить слова: «гидроокись» на «гидроксид», «гидроокиси» на «гидроксида»;

первый абзац. Заменить слова: «15 мл азотной кислоты 1:1» на «15 см³ раствора азотной кислоты»; «15 см³ серной кислоты 1:1» на «15 см³ раствора серной кислоты 1:1»; «в серной кислоте (1:10)» на «в растворе серной кислоты 1:10»; «серной кислотой 1:10» на «в растворе серной кислоты 1:10»; «в нескольких каплях раствора серной кислоты 1:10» на «в 5—8 каплях раствора серной кислоты 1:10»;

четвертый, пятый абзацы изложить в новой редакции: «Для определения кобальта в гидроксиде железа и в электролите осадок гидроксида железа растворяют в растворе серной кислоты 1:10, объединяют с раствором электролита, нейтрализуют раствором серной кислоты 1:10, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, отбирают аликвотную часть раствора 25 см³, нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроксида железа, который растворяют в 3—5 каплях раствора серной кислоты 1:1, и дают одну каплю избытка, после чего приливают 5 см³ раствора уксусно-кислого натрия, кипятят 2 мин, прибавляют 10 см³ раствора нитрозо-Р-соли и кипятят 2 мин, приливают 5 см³ раствора азотной кислоты и снова кипятят 2 мин. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и через 10 мин измеряют светопоглощение раствора при длине волны 520 нм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Массу кобальта в анализируемом растворе находят по градуировочному графику».

Пункты 2.4, 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают 0; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50 см³ стандартного раствора Б, что соответствует (0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025) · 10⁻³ г кобальта, разбавляют водой до 15 см³, приливают три капли раствора железоаммонийных квасцов, нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроксида железа и далее проводят анализ в соответствии с п. 2.3. По полученным значениям светопоглощения и соответствующим массам кобальта строят градуировочный график с поправкой на значение светопоглощения градуировочного раствора, не содержащего кобальт.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, характеризующие сходимость метода, не должны превышать 0,20 %, а результатов двух анализов, характеризующие воспроизводимость метода, не должны превышать 0,25 %».

(ИУС № 2 1992 г.)