

Изменение № 1 ГОСТ 8421—79 Реактивы. Кадмий йодистый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.06.89 № 1390

Дата введения 01.01.90

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2321 0150 02.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³, л на дм³.

Вводная часть. Исключить слова: «реактив»; «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для первой категории качества».

Пункт 1.2. Таблица 1. Головку дополнить кодами: графу «Чистый для анализа» — ОКП 26 2321 0152 00; «Чистый» — ОКП 26 2321 0151 01;

графа «Наименование показателя». Пункт 11 изложить в новой редакции: «11. рН раствора препарата с массовой долей 5 %, не ниже».

Пункт 2.4. Исключить слово: «механической».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.1а (перед п. 4.1):

«4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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 или 1 кг и ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

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

(Продолжение см. с. 194)

Пункт 4.2. Первый абзац. Заменить слова: «0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «0,5000 г препарата»;

второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Для установления коэффициента поправки раствора ди-*Na*-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ допускается использовать кадмий марки Кд-0А. Масса навески кадмия для приготовления 1 дм³ раствора концентрации 0,05 моль/дм³ — 5,6200 г.

Масса йодистого кадмия, соответствующая 1 см³ раствора ди-*Na*-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, равна 0,01831 г»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.3.1 изложить в новой редакции:

«4.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр (1)3—250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 200 см³ горячей воды и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до

(Продолжение см. с. 195)

четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата «чистый для анализа» — ±25 %, для препарата «чистый» — ±15 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.4.1. Наименование изложить в новой редакции: «4.4.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*»;

третий — пятый абзацы изложить в новой редакции: «Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5 %, свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Раствор, содержащий йодаты (JO₃); готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением получают раствор, массовой концентрации 0,01 мг/см³ JO₃; дополнить абзацами: «Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Стакан В(Н)-2—100 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.4.2. Первый абзац. Заменить слова: «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «2,00 г препарата»; исключить слова: «вместимостью 100 мл».

Пункт 4.5. Первый абзац. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата»; «плотный беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента»;

последний абзац. Заменить слова: «25 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %».

Пункт 4.6.1 изложить в новой редакции:

«4.6.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517—87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч., раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч., разбавленная 1:4.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, х.ч., дважды перекристаллизованный (массовая доля хлоридов и бромидов в нем должна быть менее 0,002 %), раствор с массовой долей 10 %.

Раствор, содержащий хлориды (Cl), готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Cl.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Стакан В(Н)-1(2)—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.6.2. Первый абзац. Заменить слова: «0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл» на «0,50 г препарата помещают в стакан»;

второй абзац. Заменить слова: «плотный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента».

Пункт 4.7. Первый абзац. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл)» на «1,00 г препарата помещают в мерную колбу»; «25 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %».

Пункт 4.8.1. Наименование изложить в новой редакции: «4.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Кадмий йодистый, не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальными их массовыми доля»

ми, которые определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при приготовлении образцов для построения градуировочного графика»; двенадцатый—пятнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76»;

семнадцатый абзац. Заменить слова: «сернистоокислого натрия» на «7-водного сульфита натрия»; исключить слово: «безводного»;

восемнадцатый абзац. Заменить слова «серноватистоокислого натрия» на «5-водного серноватистоокислого натрия»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Растворы, содержащие магний (Mg), медь (Cu) и свинец (Pb); готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением получают растворы массовой концентрации 0,1 мг/см³ Mg, Cu и Pb»;

дополнить абзацами: «Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Чаша 100 по ГОСТ 19908—80».

Пункт 4.8.2.1. Заменить слова: «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «2,00 г препарата».

Пункт 4.8.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления каждого образца 10,00 г йодистого кадмия, не содержащего определяемых примесей, помещают в кварцевую чашу и прибавляют указанные в табл. 2 массы Mg, Ca и Pb (в виде растворов массовой концентрации 0,1 и 1 мг/см³ Mg, Cu и Pb)»;

таблица 2 Головка. Заменить слова: «Введено в образец в виде добавок, мг» на «Масса каждого элемента (Cu, Pb, Mg) введенного в образец, мг»;

Пункт 4.8.4. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %

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

Пункт 4.9. Первый абзац изложить в новой редакции: «4.9. Определение массовой доли цинка

1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в воде (ГОСТ 6709—72), доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают»;

таблица 3. Головка. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения цинка в виде добавок, мг/50 мл» на «Масса цинка (Zn), введенного в 50 см³ раствора сравнения, мг»

последний абзац изложить в новой редакции «Затем в три мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая помещают по 1,00 г йодистого кадмия, не содержащего цинка, растворяют в 30 см³ воды и прибавляют указанные в табл. 3 массы цинка (в виде растворов массовой концентрации 0,01 и 0,1 мг/см³ Zn). Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 22001—87 (способ 2)».

Пункт 4.10.1. Наименование изложить в новой редакции:

«4.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы»;

первый абзац изложить в новой редакции: «Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн» в эмиссионном режиме. Допускается использование других приборов аналогичной чувствительности и точности»;

(Продолжение см. с 197)

второй абзац исключить;

седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Растворы, содержащие натрий (Na), калий (K) и кальций (Ca); готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением и смешиванием получают раствор массовой концентрации по 0,1 мг/см³ Na, K, Ca;

девятый абзац. Заменить слова: «при построении градуировочного графика» на «при приготовлении растворов сравнения»;

дополнить абзацами: «Пипетки 4 (5)—2—1 и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.10.2.1. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата»; исключить слова: «емкостью 100 мл»

Пункт 4.10.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления каждого раствора сравнения 5,00 г йодистого кадмия, не содержащего определяемых примесей, помещают в мерную колбу, растворяют в 50 см³ воды и прибавляют указанные в табл. 4 массы Na, K и Ca (в виде раствора массовой концентрации по 0,1 мг/см³ каждого элемента). Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают»;

таблицу изложить в новой редакции:

Таблица 4

| Номер раствора сравнения | Масса каждого элемента (Na, K, Ca), введенного в 100 см ³ раствора сравнения мг | | | Массовая доля каждого элемента в растворе сравнения в пересчете на препарат, % | | |
|--------------------------|--|------|------|--|-------|-------|
| | Na | K | Ca | Na | K | Ca |
| 1 | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,001 | 0,001 | 0,001 |
| 2 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,002 | 0,002 | 0,002 |
| 3 | 0,25 | 0,25 | 0,25 | 0,005 | 0,005 | 0,005 |
| 4 | 0,50 | 0,50 | 0,50 | 0,010 | 0,010 | 0,010 |

(Продолжение см. с. 198)

(Продолжение изменения к ГОСТ 8421—79)

Пункт 4.10 4. Первый, второй, последний абзацы изложить в новой редакции: «По полученным данным для растворов сравнения для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая значение интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси элемента в пересчете на препарат в процентах — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по соответствующему 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 ± 10 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.11.

«4.11. Определение рН раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82), растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), отмеряя воду цилиндром 1(3)—100 (ГОСТ 1770—74), и измеряют рН раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ рН».

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции «Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4»;

дополнить абзацем: «На тару наносится знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр 6162)».

Раздел 6 изложить в новой редакции:

«6. Гарантии изготовителя

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие йодистого кадмия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — три года со дня изготовления»

(ИУС № 8 1989 г)
