
Изменение № 1 ГОСТ 7205—77 Реактивы. Марганец (II) углекислый основной, водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.12.87 № 4410

Дата введения 01.07.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2215 0180 00.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, мг/мл на мг/см³, л на дм³.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слова: «реактив»; последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица 1. Графы «Чистый для анализа» и «Чистый» дополнить кодами: ОКП ~~26~~ 2215 0181 10 и ОКП 26 2215 0182 09;

графа «Наименование показателя». Пункт 3 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля общего азота (N), %, не более».

Пункт 2.2. Заменить слова: «и тяжелых металлов по подпунктам 3, 5, 8» на «цинка и тяжелых металлов по показателям 3, 5, 7 и 8»; дополнить словами:

(Продолжение см. с. 182)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7205—77)

«Массовую долю натрия и калия определяют в каждой 20-й партии».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При выполнении операций взвешивания применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

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

Пункт 3.1. Заменить значение: 100 на 170.

Пункты 3.2, 3.3.1 изложить в новой редакции: «3.2. Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 0,2000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), смачивают 10 см³ воды, прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, перемешивают до растворения препарата, затем прибавляют одну каплю раствора перекиси водорода для обесцвечивания раствора и доводят объем раствора водой до 100 см³.

(Продолжение см. с. 183)

К раствору прибавляют при перемешивании 25 см³ раствора ди-*Na*-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ из бюретки (ГОСТ 20292—74), 5 см³ раствора солянокислого гидроксилamina, 10 см³ концентрированного раствора аммиака и 10 см³ буферного раствора 1 (вместо 5 см³) и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Масса марганца, соответствующая 1 см³ раствора ди-*Na*-ЭДТА концентрации точно c (ди-*Na*-ЭДТА) = 0,05 моль/дм³, равная 0,002747.

3.3.1. *Реактивы, растворы, посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—50(100) или мензурка 50(100) по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«10,00 г препарата помещают в стакан, прибавляют 50 см³ воды и осторожно, небольшими порциями 40 см³ раствора соляной кислоты до растворения препарата. Прибавляют по каплям раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток в тигле промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы»;

второй—четвертый абзацы исключить.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3.3:

«3.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимых в соляной кислоте веществ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса остатка после высушивания, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 3.4. Наименование и первый абзац изложить в новой редакции:

«3.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 1770—74), прибавляют 10 см³ воды и 4 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %. После растворения навески раствор доводят водой до метки и перемешивают;

второй абзац исключить;

третий абзац после слова «прибора» дополнить словами: «для отделения аммиака дистилляцией (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82)».

Пункт 3.5. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 0,25 г препарата помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 10 см³ воды и 2 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, к раствору прибавляют одну каплю раствора перекиси водорода (ГОСТ 10929—76) с массовой долей 3 % для обесцвечивания раствора и 14 см³ воды. Общий объем раствора 26 см³. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом по способу 1, не прибавляя раствор соляной кислоты»;

(Продолжение см. с. 184)

последний абзац. Заменить слова: «10 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %».

Пункт 3.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ воды и 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. После растворения препарата объем раствора доводят водой до 39 см³ и прибавляют одну каплю раствора перекиси водорода (ГОСТ 10929—76) для обесцвечивания раствора. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (в объеме 40 см³), не прибавляя раствор азотной кислоты»;

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

Пункт 3.7. Первый абзац. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «1,00 г препарата»; «3 %-ного раствора перекиси водорода (ГОСТ 10929—76)» на «раствора перекиси водорода (ГОСТ 10929—76) с массовой долей 3 %».

Пункт 3.8.1.1 изложить в новой редакции:

«3.8.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Пробирка П 4—20(25)—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82.

Чашка выпарительная 1(2) по ГОСТ 9147—80.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой долей 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 % и концентрации c (НСl) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Метиловый фиолетовый (индикатор), раствор с массовой долей 0,005 %.

Раствор, содержащий 1 мг/см³ Zn; готовят по ГОСТ 4212—76».

Пункт 3.8.1.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«0,50 г препарата помещают в выпарительную чашку, прибавляют 5 см³ воды, 5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 10—15 см³ воды, прибавляют 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают»;

второй абзац. Заменить слова: «вместимостью 20—25 мл, прибавляют 2,5 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты» на «прибавляют 2,5 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,5 моль/дм³»;

последний абзац. Заменить слова: «0,5 н. раствор соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты концентрации 0,5 моль/дм³».

Пункт 3.8.2.1. Тринадцатый абзац. Исключить слово: «(парадиоксибензол)»; четырнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83»;

шестнадцатый абзац изложить в новой редакции:

«Натрий сульфит 7-водный»;

семнадцатый абзац. Заменить слова: «по СТ СЭВ 223—75» на «5-водный по ГОСТ 27068—86»;

восемнадцатый абзац. Заменить слова: «безводный по ГОСТ 83—63» на «по ГОСТ 83—79»;

девятнадцатый абзац. Заменить слова: «сернистокислого» на «7-водного сульфита»; исключить слово: «безводного»;

двадцатый абзац после значения 500 г дополнить словами: «5-водного».

Пункт 3.8.2.2. Первый абзац после слов «образца сравнения» изложить в новой редакции: «5,00 г водного основного углекислого марганца (II), не содержа-

(Продолжение см. с. 185)

шего примеси цинка, помещают в агатовую ступку и прибавляют указанные ниже объемы раствора цинка.

Пункт 3.8.2.3. Последний абзац до слов «или образца» изложить в новой редакции: «В кратер нижнего электрода (анода) помещают 0,1000 г препарата».

Пункт 3.8.2.4 дополнить абзацем (после третьего): «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допустимого расхождения, равного 50 %. Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результата анализа $\pm 30\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ »;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.9. Первый абзац изложить в новой редакции (до слов «После растворения препарата»): «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 2,00 г препарата помещают в фарфоровую чашку (ГОСТ 9147—80) вместимостью 50 см³, смачивают 5 см³ воды и прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (ГОСТ 3118—77)».

Пункт 3.10.1. Наименование и первый абзац изложить в новой редакции:

«3.10.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками»;

второй абзац исключить;

дополнить абзацами (после четвертого): «Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 4(5)—2—2,6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74»;

пятый абзац. Исключить слова: «(для определения Са)»;

шестой абзац. Исключить слова: «(для определения Na и K)»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов»;

девятый абзац. Исключить слова: «3 %-ный раствор»;

десятый абзац. Заменить слова и ссылку: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «Марганец азотнокислый по ГОСТ 6203—77, фоновый раствор, перекристаллизованный, не содержащий примеси кальция или с минимальным содержанием, установленным по методу добавок на спектрофотометре «Сатурн» или другом монохроматоре, раствор с массовой долей 0,5 % (применяют только при определении кальция на фильтровом фотометре)»;

двенадцатый абзац после слова «разбавленным» изложить в новой редакции: «и смешиванием получают раствор А, содержащий 0,01 мг/см³ натрия и калия, раствор Б, содержащий 0,1 мг/см³ кальция».

Пункты 3.10.2.1, 3.10.2.2, 3.10.3 изложить в новой редакции:

«3.10.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

0,200 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 1 см³ раствора азотной кислоты, после растворения добавляют 1—2 капли перекиси водорода. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.10.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В пять мерных колб помещают по 20 см³ воды и указанные в табл. 2 объемы растворов А и Б. Объемы растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

(Продолжение см. с. 186)

Таблица 2

Номера растворов сравнения	Объемы раствора, см ³		Массовая доля примесей в растворах сравнения, мг/100 см ³			Массовая доля примесей в пересчете на препарат, %		
	А	Б	Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	2	2	0,02	0,02	0,2	0,01	0,01	0,1
2	5	4	0,05	0,05	0,4	0,025	0,025	0,2
3	7	6	0,07	0,07	0,6	0,035	0,035	0,3
4	10	8	0,10	0,10	0,8	0,05	0,05	0,4
5	14	10	0,14	0,14	1	0,070	0,07	0,5

3.10.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. После подготовки прибора проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальных массовых долей примесей, и вычисляют среднее арифметическое интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

В случае проведения анализа на фильтровых пламенных фотометрах при определении примеси кальция фотометрируют фоновый раствор и учитывают его показания, вычитая из показаний анализируемого раствора».

Пункт 3.10.4. Первый абзац. Заменить слова: «процентное содержание примеси» на «массовую долю определяемых примесей»;

второй абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовая доля»;

третий, четвертый абзацы, формулу и экспликацию исключить;

последний абзац после слова «определений» изложить в новой редакции: «относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения среднего результата определения, равного 20 %»;

дополнить абзацем: «Пределы допускаемой абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4, 2—9 (обернутые в светонепроницаемую бумагу), 11—2, 11—6».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции:

«5.1. Изготовитель гарантирует соответствие водного основного углекислого марганца (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления».

(ИУС № 2 1988 г.)