

**Изменение № 2 ГОСТ 5861—79 Реактивы. Кобальт (II) уксуснокислый 4-водный. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.10.87 № 3926**

Дата введения 01.03.88

Пункт 1.2. Таблица 1. Графа «Наименование показателя». Пункты 3, 14 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля общего азота (N), %, не более, «14. рН раствора препарата с массовой долей 5 %»;

графа «Чистый для анализа». Пункт 8. Заменить норму: 0,02 на 0,01; примечание изложить в новой редакции: «Примечание. Препарату с массовой долей никеля не более 0,002 % присваивают квалификации: чистый (ч.) без никеля (ОКП 26 3421 2911 06) и чистый для анализа (ч.д.а.) без никеля (ОКП 26 3421 2912 05)».

Пункт 3.1а. Заменить ссылку: СТ СЭВ 804—77 на ГОСТ 27025—86; дополнить абзацами: «При выполнении операций взвешивания применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 1-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 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 4.1. Заменить значение: 400 на 420.

Пункт 4.2. Второй абзац. Заменить слова: «комплексометрическим методом» на «по ГОСТ 10398—76»;

третий абзац. Заменить слова: «трилона Б» на «ди-Na-ЭДТА» и «с (ди-Na-ЭДТА)» на «с (ди-Na-ЭДТА)».

Пункт 4.3.1 изложить в новой редакции:

«4.3.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч., ледяная и раствор с массовой долей 1 %.

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

Тигель ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.3.2. Первый абзац. Исключить слова: «вместимостью 200 см<sup>3</sup>»;

второй абзац после слов «и фильтруют» изложить в новой редакции: «через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 150 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты с массовой долей 1 % и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы».

Пункт 4.4. Первый абзац. Заменить слова: «азота из нитратов, нитритов и аммиака» на «общего азота»; после слов «колбу» дополнить обозначением: «(К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82)».

Пункт 4.5. Первый, последний абзацы. Заменить слова: «10 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %»; «плотный беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента».

Пункт 4.6. Первый абзац. Заменить слова: «(способ 2)» на «(из 50 см<sup>3</sup>)»;

пятый абзац. Заменить значение и слова: 200 см на 250 см<sup>3</sup>; «25 %-ного раствора азотной кислоты» на «раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %»; «беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента»; «1 %-ным раствором азотной кислоты» на «раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %»;

шестой абзац. Заменить слова: «1 %-ным горячим раствором азотной кислоты» на «горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %».

Пункт 4.7 после слов «азотной кислоты» дополнить ссылкой: «(по ГОСТ 4461—77)»; заменить слова: «10 %-ного раствора аммиака» на «раствора аммиа-

{Продолжение см. с. 254}

(Продолжение изменения к ГОСТ 5861—79)

ка с массовой долей 10 %»; «5 %-ным раствором соляной кислоты» на «раствором соляной кислоты с массовой долей 5 %» и «25 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.8а (перед п. 4.8):

«4.8а. Определение массовой доли калия, кальция, меди, магния, натрия, никеля и цинка

4.8а.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Атомно-абсорбционный спектрофотометр «Сатурн» или аналогичный прибор по классу точности не ниже указанного.

Лампы с полым катодом ЛСП-1 или другого типа для определяемого элемента.

Лампы безэлектродные ВСБ-2 для определяемого элемента с источником питания ГПБЛ-3В.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Растворы, содержащие Na, K, Ca, Mg, Zn, Cu, Ni готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят контрольные растворы концентраций, указанных в табл. 2а.

Т а б л и ц а 2а

Номер контрольного раствора, элемент	Массовая концентрация раствора, мг/см <sup>3</sup>
1. (Na)	0,001
2. (K)	0,001
3. (Ca)	0,01
4. (Mg)	0,0002
5. (Cu)	0,005
6. (Ni)	0,005
7. (Zn)	0,001
8. (Na)	0,01
9. (K)	0,01
10. (Ca)	0,1
11. (Mg)	0,01
12. (Cu)	0,01
13. (Ni)	0,1
14. (Zn)	0,01

По контрольным растворам 1—7 проверяют чувствительность прибора, контрольные растворы 8—14 используют для введения добавок.

4.8а.2. *Подготовка к анализу*

4.8а.2.1. 0,50 г препарата помещают в мерную колбу, прибавляют 40 см<sup>3</sup> воды и 1—2 капли уксусной кислоты, перемешивают до полного растворения, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.8а.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В три мерные колбы помещают по 0,50 г анализируемого препарата, по 40 см<sup>3</sup> воды, по 2 капли уксусной кислоты и перемешивают до полного растворения навески. В первой колбе объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают, во вторую и третью добавляют анализируемые примеси в объемах, указанных в табл. 2б.

(Продолжение см. с. 255)

Номер контрольного раствора, элемент	Объем контрольного раствора, см <sup>3</sup>		Масса добавки в 100 см <sup>3</sup> контрольного раствора, мг		Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %	
	2-я колба	3-я колба	2-я колба	3-я колба	2-я колба	3-я колба
8. (Na)	2,0	5,0	0,02	0,05	0,004	0,01
9. (K)	2,0	5,0	0,02	0,05	0,004	0,01
10. (Ca)	0,5	1,5	0,05	0,15	0,01	0,03
11. (Mg)	2,0	5,0	0,02	0,05	0,004	0,01
12. (Cu)	0,5	2,5	0,005	0,025	0,001	0,005
13. (Ni)	1,0	5,0	0,1	0,5	0,02	0,10
14. (Zn)	5,0	10,0	0,05	0,10	0,01	0,02

Объемы второй и третьей колб доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

#### 4.8а.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Прибор настраивают согласно инструкции по эксплуатации. После подготовки прибора к анализу для проверки его чувствительности к каждому из определяемых элементов проводят фотометрирование спектра контрольных растворов 1—7. Если чувствительность соответствует нормам указанным в паспорте на прибор, проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей определяемых примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое интенсивности излучения для каждого раствора. Фотометрирование растворов проводят по каждому определяемому элементу. После каждого измерения распыляют воду.

#### 4.8а.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая поглощение линий в делениях шкалы на оси ординат, массовую долю определяемого элемента в процентах в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят экстраполяцией графика до пересечения с осью абсцисс.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения от среднего арифметического, равного для натрия, магния, цинка и меди 10 %, для калия и кальция 15 % и для никеля 20 %.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результата анализа  $\pm 10\%$  для калия, натрия, меди, магния, цинка и кальция и  $\pm 20\%$  для никеля при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

При разногласиях в оценке массовых долей калия, кальция, меди, магния, натрия, никеля и цинка анализ проводят в соответствии с п. 4.8а настоящего стандарта».

Пункт 4.8.1. Наименование. Заменить слово: «Приборы» на «Аппаратура»; первый абзац дополнить словами: «или анализатор жидкости пламенно-фотометрический типа ПАЖ-2»;

дополнить абзацами (после второго):

«Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74»;

третий абзац дополнить словами: «Пропан-бутан или природный газ»;

(Продолжение см. с. 256)

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

девятый абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %».

Пункты 4.8.2.1, 4.8.2.2. Исключить слова: «вместимостью 100 см<sup>3</sup>».

Пункт 4.8.3. Заменить слова: «возрастания содержания» на «возрастание массовых долей», «с максимального содержания» на «максимальных массовых долей».

Пункт 4.8.4. Последний абзац после слова «определений» изложить в новой редакции: «относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 4.9.1. Наименование. Заменить слово: «Приборы» на «Аппаратура»; шестой абзац изложить в новой редакции: «Спектропроектор типа ПС-18 или ДСП-1»;

дополнить абзацами (после шестого):

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

Чаша кварцевая по ГОСТ 19908—80»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Растворы, содержащие 1 мг/см<sup>3</sup> Cu, Mg, Ni, Zn и Pb, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> Cu, Pb и Mg»;

семнадцатый, восемнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Натрий сульфит 7-водный»;

«Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86»;

двадцать первый абзац после слова «натрия» дополнить словом: «5-водного»;

дополнить абзацем: «Допускается применение аналогичной аппаратуры по классу точности не ниже указанной».

Пункт 4.9.2.2. Таблица 3. Графа «Ni». Заменить значения: 0,10 на 1,0; 0,25 на 2,5; 0,75 на 7,5.

Пункт 4.9.4. Последний абзац после слова «определений» изложить в новой редакции: «относительное значение расхождения между наиболее отличающимися значениями которых не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности  $P=0,95$ »;

дополнить примечанием: «Примечание. В случае отсутствия 4-водного уксуснокислого кобальта, не содержащего определяемых примесей, допускается проводить определение методом добавок с использованием графического или расчетного варианта».

Пункт 4.10. Наименование изложить в новой редакции: «Определение рН раствора препарата с массовой долей 5 %»;

первый абзац. Заменить слова: «на рН-метре со стеклянным электродом» на «универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределами основной погрешности  $\pm 0,05$  рН».

(ИУС № 1 1988 г.)