

Изменение № 3 ГОСТ 4146—74 Реактивы. Калий надсерноокислый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.87 № 3136

Дата введения 01.12.87

По всему тексту стандарта заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Вводную часть дополнить абзацем: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества».

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Технические требования»

1.1. Надсерноокислый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям надсерноокислый калий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Значение	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 0722 09	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 0721 10
1. Массовая доля надсерноокислого калия ($K_2S_2O_8$), %, не менее	99,5	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,010
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,005	0,020
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010
6. Массовая доля марганца (Mn), %, не более	0,0001	0,0005
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,005

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

При выполнении операций взвешивания используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2 или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

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

Пункт 3.1. Заменить значение: 150 на 270.

Пункт 3.2.1 изложить в новой редакции: «3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Продолжение см. с. 256)

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c ($1/5 \text{ KMnO}_4$) = $0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($0,1 \text{ н.}$); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = 1 моль/дм^3 (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83 и раствор с массовой долей 20% .

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора), раствор концентрации c ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) = $0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($0,1 \text{ н.}$) в растворе серной кислоты концентрации c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = 1 моль/дм^3 (1 н.).

Пункт 3.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Около $0,3000 \text{ г}$ препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 40 см^3 раствора соли Мора, $0,5 \text{ г}$ углекислого натрия, 15 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 20% и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия до появления исчезающей розовой окраски».

Пункт 3.2.3. Формула. Эμπликация. Первый—четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно $0,1 \text{ моль/дм}^3$, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3 ;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно $0,1 \text{ моль/дм}^3$, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см^3 ;

m — масса препарата, г ;

$0,01352$ — масса надсерниокислого калия, соответствующая 1 см^3 марганцовокислого калия концентрации точно 1 моль/дм^3 , г ;

последний абзац пункта изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать значения допускаемого расхождения, равного $0,2 \%$, при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции: «3.3.1. *Аппаратура и реактивы*

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: « $30,00 \text{ г}$ препарата помещают в стакан, растворяют в 300 см^3 горячей воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч . Затем раствор фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при $105\text{—}110 \text{ }^\circ\text{C}$ до постоянной массы».

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить слова: «вместимостью 250 см^3 » на «К-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82)»;

второй абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса».

Пункт 3.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 см^3 . При этом $1,00 \text{ г}$ препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336—82, растворяют в 37 см^3 воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «сияняя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1% »;

четвертый абзац. Заменить значение: $0,02$ на $0,01$;

пятый абзац. Заменить слово: «количества» на «объемы».

Пункт 3.6. Второй абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса».

Пункт 3.7.1 изложить в новой редакции: «3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пипетка 4—2—1 по ГОСТ 20292—74.

(Продолжение изменения к ГОСТ 4146—74)

Пробирка П4—25—14/23 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Чашка выпарительная 3 по ГОСТ 9147—80.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, х. ч.

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

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации c (AgNO_3) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 840 см³ воды прибавляют, перемешивая, 100 см³ азотной кислоты и 70 см³ ортофосфорной кислоты; смесь кипятят в течение 10 мин и охлаждают.

Пункт 3.7.2. Первый абзац. Исключить слова: «емкостью 100 см³», «фарфоровую», «для колориметрирования».

Пункт 3.8. Первый абзац. Исключить слова: «Определение заканчивают визуально или фотометрически»;

(Продолжение см. с. 258)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4146—74)

второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 0,50 г препарата помещают в выпарительную чашу (ГОСТ 9147—80), прибавляют 5 см³ воды, 5 см³ раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) с массовой долей 25 % и упаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют при нагревании в 10 см³ воды и 0,2 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %. Раствор переносят в коническую колбу или пробирку, нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 и далее определение проводят по ГОСТ 17319—76 фотометрически или визуально»;

второй абзац после слов «1 см³ раствора» дополнить словами: «4-водного».

Пункт 4.1. Заменить слова: «Вид упаковки Б-1, Б-5и» на «Вид и тип тары 2—1, 2—4».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие надсернистого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

(ИУС № 12 1987 г.)