

Изменение № 1 ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.03.88 № 764

Дата введения 01.01.89

Наименование стандарта на английском языке. Заменить слово: «3-aqueous» на «3-aqueous».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3421 1290 05.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

(Продолжение см. с. 302)

(Продолжение изменения к ГОСТ 199—78)

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив — ».

Пункт 1.2. Заменить слово: «таблице» на «табл. 1»;

таблицу дополнить словами: «Т а б л и ц а 1»;

таблица 1. Головку дополнить кодами: для чистого для анализа (ч.д.а.) — ОКП 26 3421 1292 03; для чистого (ч.) — ОКП 26 3421 1291 04;

графу «Химически чистый (х.ч.)» исключить;

графа «Наименование показателя». Показатели 3, 4 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту (CH_3COOH), %, не более

4. Массовая доля щелочей в пересчете на гидроксид натрия (NaOH), %, не более»;

(Продолжение см. с. 303)

показатель 14 исключить.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю сульфатов, фосфатов, алюминия, кальция, магния, мышьяка и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2а (перед п. 3.2):

«3.2а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

Для взвешивания используют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 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 и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Определение массовой доли 3-водного уксуснокислого натрия

Определение проводят по ГОСТ 17444—76. При этом около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 25 см³ уксусной кислоты и далее определение проводят методом визуального титрования в неводной среде.

Масса 3-водного уксуснокислого натрия, соответствующая 1 см³ уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно $c(\text{HClO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), — 0,01361 г».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции: «3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Стакан В(Н)-1—600 ТС по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий ТФ-ПОР 10(16) ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(2)—500 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «100 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 500 мл» на «100,00 г препарата помещают в стакан», «с погрешностью не более 0,0002 г» на «(результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 1 мг»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункты 3.4, 3.4.1 изложить в новой редакции: «3.4. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту и массовой доли щелочей в пересчете на гидроксид натрия

3.4.1. Посуда, реактивы и растворы

Бюретка 6—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77».

Пункт 3.4.2. Первый абзац. Заменить слова: «10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 100 мл» на «10,00 г препарата помещают в коническую колбу», «микробюретки» на «бюретки» (2 раза);

второй абзац. Заменить слова: «Кислотность (CH_3COOH) или щелочность» на «Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту (CH_3COOH) или массовую долю щелочей в пересчете на гидроксид натрия»;

экспликация к формуле. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора гидроксида натрия или 0,1 н. раствора соляной кислоты» на «раствора гидроксида натрия

(Продолжение см. с. 304)

концентрации точно 0,1 моль/дм³ или раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³» (2 раза);

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная погрешность результата анализа $\pm 0,002$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.5. Первый абзац до слов «Затем объем» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 или 100 см³ (с меткой на 25 см³) и растворяют в 15 см³ воды. Затем прибавляют 0,1 см³ раствора 2,4-динитрофенола с массовой долей 0,1 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и по каплям, постоянно перемешивая, — раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,02 мг».

Пункт 3.6. Первый абзац до слова «Объем» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 10,00 г препарата помещают в цилиндр с пришлифованной пробкой (ГОСТ 1770—74) вместимостью 50 см³ и растворяют в 7,5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 50 %»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,01 мг»;

последний абзац. Заменить слова: «анализ проводят фотометрическим методом» на «определение заканчивают фотометрически».

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 30 см³ воды. Затем прибавляют 3,5 см³ раствора азотной кислоты, нагревают до кипения и охлаждают. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Объем раствора доводят водой до 39 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см³) методом, не прибавляя раствор азотной кислоты»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,01 мг».

Пункт 3.8.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.8.1. *Посуда, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Колба Кн-2—50—18(22) по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74»;

первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Алюминон, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4517—87 не ранее чем за 1 ч до определения годен в течение 5 сут).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 10 %»;

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

пятый абзац. Заменить слова: «ледяная, х.ч.» на «х.ч. ледяная».

Пункт 3.8.2. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «2,00 г препарата помещают в коническую колбу»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,01 мг Al».

Пункт 3.9. Первый абзац. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата», «раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %»; «25 %-ным раствором аммиака (ГОСТ 3760—64)» на «водным аммиаком (ГОСТ 3760—79)»; исключить слова: «с предварительным восстановлением солянокислым гидроксиламином», «для препарата химически чистый — 0,005 мг»;

последний абзац. Заменить слова: «фотометрическим методом» на «фотометрически», «анализ» на «определение».

Пункт 3.10 дополнить словами: «(химический метод)».

Пункт 3.10.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.10.1. *Посуда, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Пробирка П4—25—14/23 по ГОСТ 25336—82»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Мурексид, раствор с массовой долей 0,05 % (годен в течение 2 суток)»;

третий абзац. Заменить слова: «0,5 н. раствор» на «раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 3.10.2. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «0,60 г препарата помещают в пробирку»; исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,006 мг Са»;

последний абзац. Заменить слова: «до 10 мин» на «в течение 10 мин»;

дополнить абзацем: «При разногласиях в оценке массовой доли кальция определение проводят атомно-абсорбционным методом».

Пункт 3.11 дополнить словами: «(химический метод)».

Пункт 3.11.1. Наименование изложить в новой редакции:

«3.11.1. *Посуда, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Пробирка П4—25—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82»;

второй абзац. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «0,05 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,05 %».

Пункт 3.11.2. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «2,00 г препарата помещают в пробирку»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,003 мг Mg»;

дополнить абзацем: «При разногласиях в оценке массовой доли магния определение проводят атомно-абсорбционным методом».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.11а—3.11а.5 (после п. 3.11.2): «3.11а. Определение массовой доли кальция и магния (атомно-абсорбционный метод)

3.11а.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Спектрофотометр «Сатурн» или другой с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или деминерализованная.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,001 \text{ моль/дм}^3$ (0,001 н.).

Раствор, содержащий Са; готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением водой готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см³ Са (раствор А).

Раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением раствором соляной кислоты готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ М (раствор Б).

Натрий уксуснокислый 3-водный, не содержащий примесей кальция и магния, или с минимальным их содержанием, определяемым методом добавок и учитываемым при построении градуировочного графика.

3.11а.2. *Приготовление анализируемого раствора*

5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.11а.3. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения 5,00 г 3-водного уксусно-

(Продолжение см. с. 306)

кислого натрия помещают в мерную колбу, растворяют в воде и добавляют указанные в табл. 2 объемы растворов А и Б. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

| Номер раствора сравнения | Объем раствора, см ³ | | Масса примесей в 100 см ³ раствора сравнения, мг | | Массовая доля примесей в пересчете на препарат, % | |
|--------------------------|---------------------------------|------|---|--------|---|---------|
| | А | Б | Ca | Mg | Ca | Mg |
| 1 | — | — | — | — | — | — |
| 2 | 0,5 | 0,75 | 0,05 | 0,0075 | 0,001 | 0,00015 |
| 3 | 1,0 | 1,5 | 0,1 | 0,015 | 0,002 | 0,0003 |
| 4 | 2,0 | 3,0 | 0,2 | 0,030 | 0,004 | 0,0006 |

3.11а.4. Проведение анализа

Массовую долю кальция определяют в режиме эмиссии, используя аналитическую линию 422,7 нм.

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемого раствора и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примеси. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое показаний для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения. После каждого измерения распыляют воду.

Массовую долю магния определяют по ГОСТ 22001—87.

3.11а.5. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая интенсивность излучения на оси ординат, массовую долю примеси кальция в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю кальция в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 10 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Массовую долю магния в препарате находят по ГОСТ 22001—87.

Пункт 3.12. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 2,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят методом с применением бромнортутовой бумаги в сернокислой среде»; второй абзац. Заменить слово: «бумажки» на «бумаги» (2 раза);

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,001 мг As»;

последний абзац перед словом «двуххлористого» дополнить словом: «2-водного».

Пункты 3.13—3.13.2 изложить в новой редакции: «3.13. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу (с шлифованной или резиновой пробкой), растворяют в 35 см³ воды и далее определение проводят сероводородным методом, прибавляя 2 см³ уксусной кислоты, 5 см³ сероводородной воды и не прибавляя раствор уксуснокислого аммония.

(Продолжение см. с. 307)

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг Pb,

для препарата чистый — 0,050 мг Pb,

2 см³ уксусной кислоты и 5 см³ сероводородной воды».

Пункты 3.14—3.14.3 исключить.

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9»;

третий абзац. Исключить слова: «не более 3000 г»;

дополнить абзацем: «На транспортную тару наносят манипуляционные знаки: «Верх, не кантовать» и «Осторожно, хрупкое» (для стеклянной потреби-

(Продолжение см. с. 308)

(Продолжение изменения к ГОСТ 199—78)

тельской тары) по ГОСТ 14192—77 и знак опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 9, подкласс 9.2, классификационный шифр группы 9223)».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 3-водного уксуснокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

Пункт 6.2 изложить в новой редакции: «6.2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты».

Пункт 6.3. Исключить слово: «механической».

(ИУС № 6 1988 г.)