

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75 Реактивы. Висмута (III) окись. Технические условия

Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.09.88 № 3210

Дата введения 01.04.89

Вводная часть. Первый абзац исключить слова: «Окись висмута не ядовита, не огнеопасна и не взрывоопасна».

Раздел 1 дополнить пунктом 1.1а (перед пунктом 11):

«1.1а Окись висмута (III) должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке».

Пункт 1.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 1121 0153 10	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1121 0152 00	Чистый (ч) ОКП 26 1121 0151 01
1. Массовая доля окиси висмута (III) (Bi_2O_3), %, не менее	99,5	99,5	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,005	0,010	0,020
4. Массовая доля общей серы в пересчете на SO_4 , %, не более	0,001	0,002	0,010
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,001	0,010
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,001	0,005
7. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001	0,002	0,005
8. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,001	0,002	0,005
9. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0010	0,0015	0,0030
10. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,001	0,002	0,005
11. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,002	0,003	0,030

Раздел 2 дополнить пунктом 2.2:

«2.2. Массовые доли хлоридов, кальция, магния и натрия изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии».

Пункт 3.1а. Заменить ссылку: СТ СЭВ 804—77 на ГОСТ 27025—86; дополнить абзацами:

«При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точ-

С. 2 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75

ности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть менее 250» на «должна быть не менее 280».

Пункт 3.2. Второй абзац до слов «раствор количественно» изложить в новой редакции:

«При этом 0,2500—0,2700 г препарата растворяют в стакане вместимостью 50 см³ в 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %»;

третий абзац. Заменить слова: «Содержание» на «Массовую долю»;

экспликация к формуле. Первый и третий абзацы изложить в новой редакции: «где V — объем раствора ди- Na-ЭДТА концентрации точно c (ди- Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;»; «0,00233 — масса окиси висмута (III), соответствующая 1 см³ раствора ди- Na-ЭДТА концентрации точно c (ди- Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм³, г»

последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %»;

дополнить абзацем:

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

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции:

«3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы с массовыми долями 5 и 25%, готовят по ГОСТ 4517—87;

стакан В(Н)—1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82;

тигель фильтрующий типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82;

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

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 250 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % при нагревании на водяной бане (в процессе растворения комочки препарата необходимо растереть стеклянной палочкой). Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака»;

второй абзац. Заменить слова: «5 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 5 %»;

дополнить абзацами:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

«3.4. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4—74 фотометрическим или визуально-колориметрическим методом. При этом 0,250 г препарата помещают в колбу (К—2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82) прибора для определения аммиака дистилляцией, растворяют в 2,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 2,5 % (готовят по ГОСТ 4517—87) и прибавляют 40 см³ воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.4—74, прибавляя 7,5 см³ раствора гидроокиси натрия (вместо 5 см³)»;

второй абзац. Заменить слова: «общее содержание» на «масса общего».

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75 С 3

Пункт 351 (кроме черт 1 и 2) изложить в новой редакции
«351 *Реактивы, растворы, приборы и посуда*
азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293—74,
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 дополнительно перегнанная из кварцевого прибора,

N, N-диметил *n* фенилендиамин, раствор готовят следующим образом 0,93 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 750 см³ воды, перемешивают, прибавляют 200 см³ серной кислоты, охлаждают, доводят объем раствора водой до 1000 см³ и перемешивают. Раствор годен в течение 6 месяцев,

Квасцы железоаммонийные раствор с массовой долей 25 %, готовят следующим образом 12,5 г продукта растворяют в 20—30 см³ воды в мерной колбе вместимостью 50 см³, прибавляют 1,5 см³ серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают,

кислота йодистоводородная по ГОСТ 4200—77,

кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78,

кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77,

кислота уксусная особой чистоты по ГОСТ 18270—72,

медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, х ч, раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517—87

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77,

натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200—76,

чирогаллол А щелочный раствор готовят по ГОСТ 4517—87

раствор содержащий SO₄, готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ SO₄

смесь восстановительная, готовят следующим образом 400 г (266 см³) йодистоводородной кислоты, отмеренной цилиндром, помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 1000 см³ прибавляют 85 см³ уксусной кислоты, перемешивают прибавляют 8,6 г фосфорноватистокислого натрия, перемешивают и кипятят с обратным холодильником не менее 1 ч пропуская через кипящую смесь азот. Затем смесь охлаждают пропуская азот и хранят в той же колбе, закрытой стеклянной пробкой,

цинк уксуснокислый 2 водный по ГОСТ 5823—78 х ч раствор с массовой долей 10 %

колориметр фотоэлектрический марки ФЭК-56 или прибор с аналогичными метрологическими характеристиками по ГОСТ 12083—78 в комплекте с кюветами,

колбы 1—50—2 1—100—2 и 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74

колбы КГУ—2—1(2)—1000—29/32 ТЛС и КГУ—2—1(2)—50—14(23) по ГОСТ 25336—82

мензурка 1000 или цилиндр 1(3)—1000 по ГОСТ 1770—74,

пипетки 4—2—1(2), 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74

прибор для очистки азота от кислорода и сероводорода, состоит из трех последовательно соединенных склянок СПЖ 250. Первую склянку заполняют на 1/3 щелочным раствором пирогаллола А вторую склянку заполняют на 1/3 раствором 5-водной сернокислой меди, третью склянку заполняют на 1/3 водой,

прибор для приготовления восстановительной смеси (черт 1), состоит из круглодонной колбы с двумя шлифами и обратного холодильника,

прибор для определения общей серы (черт 2) состоит из реакционной круглодонной колбы 1 с двумя шлифами вместимостью 50 см³ стеклянного лабораторного холодильника 2 с длиной кожуха 200—300 мм в верхний конец холодильника вставляют стеклянную трубку диаметром 8 мм соединенную с промывной колонкой 3 колбы-приемника 4 имеющей метку на 25 см³, в шлиф на горле колбы приемника вставлена стеклянная трубка 5

склянка СПЖ 250 по ГОСТ 25336—82,

секундомер по ГОСТ 5072—79,

С. 4 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 10216—75

холодильник ХШ—1 (2)—200—19/26 ХС и ХПТ—1—(2)—200 (300)—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндры 4—25 и 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74»;

чертеж 1. Заменить значения: 130 на 131 и 210 на 200;

чертеж 2. Заменить значение: 60 на 51 и 250 на 200—300.

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции:

«3.5.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения. Для этого в реакционную колбу 1 прибора для определения общей серы попеременно помещают 2,0 см³ воды, содержащей 0,000; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030 мг SO₄²⁻, и цилиндром 15 см³ восстановительной смеси.

В промывную колонку 3 наливают 15 см³ воды. В колбу-приемник 4 помещают 2,0 см³ 2-водного уксуснокислого цинка и 15 см³ воды. Через весь прибор пропускают азот в течение 10 мин со скоростью 2 пузырька в секунду. Смесь в реакционной колбе 1 нагревают до кипения на электроплитке и кипятят в течение 5 мин также в токе азота. Затем отставляют электроплитку и пропускают азот еще 10 мин с повышенной скоростью — 3 пузырька в секунду. Колбу-приемник 4 вместе с трубкой 5, погруженной в раствор, отсоединяют от прибора. Прибавляют к раствору пипетками 2,5 см³ раствора N, N-диметил-*n*-фенилендиамина перемешивают, 0,5 см³ раствора железоммонийных квасцов, энергично перемешивают раствор в течение 2 мин, переносят в цилиндр вместимостью 25 см³, доводят объем раствора водой до 25 см³, и оставляют на 20 мин в темном месте.

Измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к воде на фотоэлектроколориметре при длине волны $\lambda = 630-680$ нм в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Из оптической плотности растворов сравнения вычитают оптическую плотность контрольного раствора, не содержащего SO₄²⁻.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения оптической плотности, а на оси абсцисс — массу сульфатов в миллиграммах».

Пункт 3.5.3. Первый—третий абзацы изложить в новой редакции:

«1,00 г препарата квалификации х. ч. и ч. д. а. или 0,10 г квалификации ч. помещают в реакционную колбу 1 прибора для определения общей серы, прибавляют 2 см³ соляной кислоты, 15 см³ восстановительной смеси и далее определение проводят так же, как при построении градуировочного графика.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт без добавления анализируемого продукта»;

пятый абзац: Заменить слова: «массовую долю общей серы в пересчете на SO₄» на «массу сульфатов»;

дополнить абзацами (после пятого):

«Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата квалификации химически чистый — 0,01 мг SO₄;

для препарата квалификации чистый для анализа — 0,02 мг SO₄;

для препарата квалификации чистый — 0,01 мг SO₄;

шестой абзац изложить в новой редакции

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %»;

дополнить абзацем (после шестого):

«Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.6 изложить в новой редакции:

3.6. Определение массовой доли хлоридов

3.6.1. Посуда, реактивы и растворы

Колба Кн—2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336—82;

пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5 и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72,
 кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х ч, растворы с массовой долей 1 % и
 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87,
 серебро азотнокислородное по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) =$
 $= 0,1 \text{ моль/дм}^3$, готовят по ГОСТ 25794 3—83;
 раствор, содержащий Cl, готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим раз-
 бавлением готовят растворы, содержащие 0 01 мг/см³ Cl

3 6 2 Проведение анализа

0,50 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют пипеткой
 18 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и перемешивают до
 растворения препарата. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный
 фильтр «синяя лента», тщательно промытый раствором азотной кислоты с мас-
 совой долей 1 %, затем фильтр промывают 2 см³ раствора азотной кислоты с мас-
 совой долей 25 % (взятого пипеткой), присоединяя фильтрат к анализируемому
 раствору. Прибавляют пипеткой 1,0 см³ раствора азотнокислородного серебра и пере-
 мешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, ес-
 ли наблюдаемая через 10 мин на темном фоне (выдерживают в темноте) опалес-
 ценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора,
 приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же
 объеме

для препарата квалификации химически чистый — 0 005 мг Cl,

для препарата квалификации чистый для анализа — 0,005 мг Cl,

для препарата квалификации чистый — 0,050 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 1 см³ раствора азотно-
 кислородного серебра

При необходимости вводят поправку на массу хлоридов в применяемом для
 растворения объеме азотной кислоты (20 см³)»

Пункт 3 7 1 Наименование изложить в новой редакции

«3 7 1 Аппаратура, реактивы и растворы»

дополнить абзацами (после четвертого) «допускается применение другой
 аппаратуры с аналогичными метрологическими характеристиками,

пипетки 4—2—1 по ГОСТ 20292—74,

чашки из платины по ГОСТ 6563—75 или чаши кварцевые по ГОСТ
 19908—80»,

шестой абзац Заменить слова «анализа ос ч 7—3» на «анализа ос ч»,

седьмой абзац изложить в новой редакции

«фотопластинки «панхром» или «изохром» светочувствительностью 32—45 ед
 или другой марки, обеспечивающие нормальное почернение аналитических линий
 и фона»,

двенадцатый—четырнадцатый абзацы изложить в новой редакции

«метол-(4-метил-аминофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83,

натрий сульфит 7-водный,

натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—
 —86»,

семнадцатый абзац Заменить слова

«основной (ч д а)» на «5 водный по ГОСТ 4110—75»,

восемнадцатый абзац Заменить слова «25 %-ный раствор» на «раствор с
 массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517—87»,

девятнадцатый абзац изложить в новой редакции

«растворы, содержащие Fe, Ca, Mg, Cu, Na и Pb, готовят по ГОСТ 4212—76,

соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие 0,1 мг/см³ Fe, Ca,
 Mg, Cu, Na и Pb»,

двадцатый абзац Заменить слова «сернистокислородного» на «7-водного суль-
 фита» и «кристаллического» на «10 водного», исключить слово: «безводного»;

двадцать первый абзац после слова «500 г» дополнить словами «5 водно-
 го»

Пункт 372 Наименование изложить в новой редакции

«372 *Приготовление образцов сравнения*»,

первый абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления каждого образца 20,82 г 5-водного азотнокислого висмута (соответствуют 20 г окиси висмута (III)) или 20 00 г окиси висмута (III), не содержащих определяемых элементов помещают в платиновую или кварцевую чашку, при применении 5-водного азотнокислого висмута навеску прокаливают на электроплитке до полного удаления окислов азота»,

второй абзац до слова «указанные» изложить в новой редакции «Затем прибавляют массы определяемых элементов (в виде растворов, содержащих 0 1 мг/см³)»,

таблицу 2 изложить в новой редакции

Пункт 374 после слова «поступают» изложить в новой редакции «с образцами сравнения Спектры анализируемого препарата и образцов сравнения снимают на одной фотоплёнке 2—3 раза»

Пункт 375 Второй абзац изложить в новой редакции «Сухую фотопластинку фотометрируют на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой, и измеряют почернение линий определяемых элементов $S_{пр}$ (по подходящей ступени ослабителя) и соседнего фона $S_{ф}$. Аналитические линии, нм, дополнить абзацами (перед последним)

«Находят среднее арифметическое значений разности почернения $\Delta S = S_{пр} - S_{ф}$ для каждой примеси в образцах сравнения. Строят градуировочный график для каждого определяемого элемента по средним значениям ΔS , откладывая на оси абсцисс логарифмы массовой доли примеси в образце сравнения, а на оси ординат — разность почернений ΔS . Массовую долю примеси в анализируемом образце находят по градуировочному графику

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение равное 50 %

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$

Допускается проводить анализ сравнением разности почернений ΔS для анализируемого образца с разностью почернений для образца сравнения с соответствующими значениями примесей указанными в табл. 1»

Пункт 41 Второй абзац изложить в новой редакции «Вид и тип тары 2т—1 2т—2, 2т—4, 2т—9, 6—1, обернутые в светонепроницаемую бумагу, II—2, II—6»,

третий абзац Заменить значения «IV V» на «III, IV, V, VI, VII (до 50 кг)»

Пункты 51 и 52 изложить в новой редакции

«51 Изготовитель гарантирует соответствие окиси висмута (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения

52 Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления»

Стандарт дополнить разделом 6

«6 **Требования безопасности**

61 Окись висмута (III) токсична. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны составляет 0,5 мг/м³ (2-й класс опасности вещество высокоопасное)

62 Продукт негорюч, невзрывоопасен

63 Работу с веществом необходимо проводить при действующей приточно-вытяжной вентиляции. В местах небольшого пыления устанавливают местные отсосы. Анализ продукта в лаборатории проводят под тягой

64 При работе с продуктом используют средства индивидуальной защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами»

Таблица 2

Номер образца	Масса примесей в образцах, мг						Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %					
	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb
1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,001
2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,4	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002
3	1,0	0,4	0,4	0,3	0,4	0,6	0,005	0,002	0,002	0,0015	0,002	0,003
4	2,0	1,0	1,0	0,6	1,0	6,0	0,010	0,005	0,005	0,0030	0,005	0,03

(ИУС № 1 — 1989 г.)