
Изменение № 1 ГОСТ 5820—78 Реактивы. Калий уксуснокислый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.11.87 № 4245

Дата введения 01.05.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3421 0690 08,

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

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

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

(Продолжение см. с. 194)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5820—78)

Пункт 1.2. Заменить слово: «нормам» на «значениям»;
таблица. Головку изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Значение	
	Высшая категория качества	Высшая категория качества
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3421 0692 06	Чистый (ч) ОКП 26 3421 0691 07

(Продолжение см. с. 195)

графа «Наименование показателя». Пункты 3, 4 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля кислот (в пересчете на уксусную кислоту (CH_3COOH)), %, не более; 4. Массовая доля щелочи (в пересчете на гидроксид калия (KOH)), %, не более»;

графа «Значение». Пункт 7. Заменить значение: 0,002 на 0,001;

заменить слова: «п. 3.14» на «п. 3.13»;

таблицу дополнить примечанием: «Примечание. В препарате, применяемом в производстве кремнеорганических полимеров, дополнительно нормируется массовая доля общего азота (N) не более 0,005 %».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1):

«3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2-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 аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.1. Заменить значение: 180 на 515.

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17444—76. 0,2500 г препарата, предварительно высушенного в соответствии с п. 3.14, растворяют в 25 см³ уксусной кислоты и прибавляют пипеткой (ГОСТ 20292—74) 1 см³ уксусного ангидрида. Далее определение проводят по ГОСТ 17444—76 визуальным или потенциометрическим титрованием в неводной среде»;

второй абзац. Заменить слова: «1 мл точно 0,1 н. раствора хлорной кислоты» на «1 см³ уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции:

«3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

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

Цилиндр 1—250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2. Первый абзац до слова «Остаток» изложить в новой редакции: «20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 150 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункты 3.4, 3.4.1, 3.4.2 изложить в новой редакции:

«3.4. Определение массовых долей кислот или щелочи

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 6—2—2 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(2)—50 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая CO_2 ; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 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.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

3.4.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды и прибавляют 3 капли раствора фенолфталеина. Если при этом раствор остается бесцветным, то прибавляют по каплям из бюретки раствор гидроксида натрия до появления розовой окраски. Если же раствор окрашен в розовый цвет, то при-

(Продолжение см. с. 196)

бавляют по каплям из бюретки раствор соляной кислоты до исчезновения розовой окраски».

Пункт 3.4.3. Первый абзац. Заменить слова: «Кислотность (CH_3COOH) или щелочность (KOH)» на «Массовую долю кислот (CH_3COOH) или щелочи (KOH)»;

формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,01 н. раствора соляной кислоты или 0,1 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора соляной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм³ или раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³» (2 раза);

последний абзац после слов «определений» изложить в новой редакции: «относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допустимого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.5. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата»; после слов «20 мл воды» дополнить ссылкой: «по ГОСТ 6709—72».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата»; «Объем раствора доводят водой до 15 см³» на «Полученный раствор выпаривают досуха. Осадок растворяют в 15 см³ горячей воды, охлаждают».

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и 1,00 г препарата квалификации «чистый» помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 42 см³ или 50 см³), растворяют в 35 см³ воды, прибавляют 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до кипения. Раствор охлаждают и, 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 метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим методом (в объеме 42 см³), не прибавляя раствор азотной кислоты»;

третий абзац. Заменить значение: 0,02 на 0,01.

Пункт 3.8. Первый абзац до слов «Далее определение» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³ (ГОСТ 25336—82) и растворяют в 15 см³ воды. К раствору прибавляют 4 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (ГОСТ 3118—77) и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают и нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) по универсальной индикаторной бумаге до pH 3—3,5»;

последний абзац. Заменить слово: «количестве» на «объеме».

Пункты 3.9.1, 3.9.2 изложить в новой редакции:

«3.9.1. *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, обеспечивающих аналогичные чувствительность и точность.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Стакан В(Н)-1—100 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

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

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

Калий уксуснокислый по ГОСТ 5820—78 с установленной начальной массовой долей кальция по методу добавок.

(Продолжение см. с. 197)

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

3.9.2. Подготовка к анализу

3.9.2.1. Приготовление анализируемого раствора

5,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 30 см³, переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.2.2. Приготовление растворов сравнения

В три стакана помещают по 5,00 г уксуснокислого калия, не содержащего кальция или с известным его содержанием, растворяют в 30 см³ воды, переносят в три мерные колбы и вводят указанные в табл. 2 объемы раствора кальция. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см ³	Масса кальция в 100 см ³ раствора сравнения, мг	Массовая доля кальция в пересчете на препарат, %
1	0,1	0,1	0,002
2	0,2	0,2	0,004
3	0,3	0,3	0,006

3.9.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата, сравнивают интенсивность излучения резонансных линий кальция — 422,6 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен-воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли кальция. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли кальция, учитывая в качестве поправки данные, полученные при фотометрировании воды, и вычисляют среднее арифметическое интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

3.9.4. Обработка результатов

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

Массовую долю кальция в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которы-

(Продолжение см. с. 198)

ми не превышает значение допускаемого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 3.10 дополнить словами: «Определение проводят по ГОСТ 22001—76».

Пункты 3.10.1, 3.10.2 исключить.

Пункт 3.11. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата»; «арсиновым методом (способ 2)» на «методом с применением бромнортутной бумаги в серноокислой среде»;

второй абзац. Заменить слово: «бумажки» на «бумаги».

Пункт 3.12. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 4,00 г помещают в колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 25336—82) с притертой или резиновой пробкой и растворяют в 30 см³ воды. Далее определение проводят сероводородным методом».

Пункт 3.13.1 изложить в новой редакции:

«3.13.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4(5)—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч., раствор с массовой долей 20 %».

Пункт 3.13.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 20 см³ раствора серной кислоты и раствор марганцовокислого калия концентрации точно $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ »;

последний абзац. Заменить слово: «количествами» на «объемами».

Пункт 3.14 дополнить словами: «проводят по ГОСТ 14870—77 из навески 1,5000 г при температуре 150 °С».

Пункты 3.14.1, 3.14.2 исключить.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.15:

«3.15. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82) прибора для отделения аммиака дистилляцией и растворяют в 45 см³ воды. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля общего азота не будет превышать 0,05 мг».

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

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления».

(ИУС № 2 1988 г.)