

Изменение № 1 ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.11.87 № 4244

Дата введения 01.05.88

Наименование стандарта на английском языке изложить в новой редакции: «Reagents. Acetic anhydride. Specifications».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3491 0190 03.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

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

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

Наименование показателя	Значение	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3491 0192 01	Чистый (ч.) ОКП 26 3491 0191 02

Графа «Наименование показателя». Пункт 3 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля нелетучего остатка».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Плотность и массовую долю фосфатов изготовитель определяет в каждой 10-й партии».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

Пункт 3.1. Заменить значение: 1 кг на 1300 г; исключить слово: «мерным».

Пункт 3.2. Заменить слова: «вместимостью 100 мл» на «2—100—2 (ГОСТ 1770—74)».

Пункт 3.3.1. Изложить в новой редакции: «3.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336—82;

колба Кн-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82;

пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74;

(Продолжение см. с. 192)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5815—77)

анилин по ГОСТ 5819—78, свежеперегнанный, раствор с массовой долей 3 %, свежеприготовленный;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

натрия гидроокись, не содержащая карбонатов; готовят по ГОСТ 4517—87, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.);

пиридин по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «5—10 см³ уксусного ангидрида помещают в капельницу так, чтобы смоченной была только самая нижняя (оттянутая) часть пипетки, и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Затем около 1 см³ препарата при помощи пипетки (с меткой на 1 см³) переносят в колбу, предварительно поместив в нее 100 см³ воды и 0,5 см³ пиридина. При этом шлиф капельницы должен оставаться сухим»;

второй абзац. Заменить слово: «содержание» на «содержимое»;

четвертый абзац до слов «Колбу закрывают» изложить в новой редакции: «В другую колбу помещают 100 см³ анилина и вносят указанным выше способом 2 см³ уксусного ангидрида».

Пункт 3.3.3. Формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,5 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³» (3 раза);

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,2 %»;

дополнить абзацем: «Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,4$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.5 изложить в новой редакции: «3.5. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026—86 в платиновой чашке 115(118)—3 (ГОСТ 6563—75) или кварцевой чаше 100 (ГОСТ 19908—80) из навески 50,00 г (46,3 см³)».

Пункт 3.6. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 20 см³ раствора, приготовленного по п. 3.2 (соответствуют 10 г препарата), при помощи пипетки 2—2—20 (ГОСТ 20292—74) помещают в колбу Кн-2—50(100)—22 ТХС (ГОСТ 25336—82), прибавляют 5 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1)»;

дополнить абзацем: «При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом».

(Продолжение см. с. 193)

Пункт 3.7 изложить в новой редакции: «3.7. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74.

При этом 10 см³ (для препарата ч.д.а.) или 4 см³ (для препарата ч.) раствора, приготовленного по п. 3.2 (что соответствует навеске 5,00 г и 2,00 г соответственно), помещают при помощи пипетки 6(7)—2—10 (ГОСТ 20292—74) в мерную колбу 2—25—2 (ГОСТ 1770—74), при помощи цилиндра 1—25 (ГОСТ 1770—74) доводят водой объем раствора до 20 см³ и далее определение проводят фотометрическим методом по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой.

Допускается измерение оптической плотности на спектрофотометре проводить в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг;

для препарата чистый — 0,010 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ заканчивают фотометрически».

Пункт 3.8. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 20 см³ раствора, приготовленного по п. 3.2 (соответствуют 10 г препарата), с помощью пипетки 2—2—20 (ГОСТ 20292—74) помещают в мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74), прибавляют цилиндром 1—25 (ГОСТ 1770—74) 20 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом в объеме 50 см³».

Пункт 3.9. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 10 см³ раствора, приготовленного по п. 3.2 (соответствуют 5 г препарата), при помощи пипетки 2—2—10 (ГОСТ 20292—74) помещают в мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74), прибавляют цилиндром 1—25 (ГОСТ 1770—74) 10 см³ воды и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа надсерножислым аммонием».

Пункт 3.10. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 20 см³ раствора, приготовленного по п. 3.2 (соответствуют 10 г препарата), помещают при помощи пипетки 2—2—20 (ГОСТ 20292—74) в колбу Кн-1—100—14/23 (ГОСТ 25336—82) с меткой на 30 см³, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 %, доводят объем раствора до 30 см³ водой и далее определение проводят сероводородным методом, не прибавляя 1 см³ раствора уксуснокислого аммония».

Пункт 3.11.1 изложить в новой редакции:

«3.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

колба Кн-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82;

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

цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

(Продолжение см. с. 194)

калий йодистый по ГОСТ 4232—74;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c ($1/5 \text{ KMnO}_4$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.), свежеприготовленный;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1 %;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 16 %;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.), свежеприготовленный».

Пункт 3.11.2 до слова «Одновременно» изложить в новой редакции: «7,4 см³ (8 г) препарата при помощи пипетки помещают в колбу, прибавляют цилиндром 100 см³ воды и оставляют в покое до полного растворения препарата. Затем прибавляют 15 см³ раствора серной кислоты, при помощи пипетки 2—2—25 25 см³ раствора марганцовокислого калия и выдерживают в течение 15 мин в термостате при 80 °С. Затем раствор охлаждают в течение 10 мин под струей воды, прибавляют 2 г йодистого калия и оставляют в покое на 2 мин. По окончании выдержки выделившийся йод титруют раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования 2 см³ раствора крахмала в качестве индикатора».

Пункт 3.11.3. Формула, Экспликация. Заменить слова: «точно 0,01 н. раствора серноватистокислого натрия» на «раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³» (3 раза);

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,001 %»;

дополнить абзацем: «Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 5 \cdot 10^{-4}$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 3—1, 3—5, 8—1, 8—2»;

дополнить абзацем: «На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 8, подкласс 8.1 и класс 3). Классификационный шифр 8142».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие уксусного ангидрида требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения».

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

Пункт 6.2 после значения 5 мг/м³ дополнить словами: «в пересчете на уксусную кислоту».

(ИУС № 2 1988 г.)