

Изменение № 1 ГОСТ 4143—78 Реактивы. Калий углекислый кислый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.03.88 № 623

Дата введения 01.08.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2113 1220 00.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

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

Пункт 1.2. Таблица 1. Наименования граф дополнить кодами: «Химически чистый» — ОКП 26 2113 1223 08; «Чистый для анализа» — ОКП 26 2113 1222 09; «Чистый — ОКП 26 2113 1221 10;

графа «Наименование показателя». Показатель 3. Исключить слова: «из нитратов, нитритов и др.».

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, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

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

Пункт 3.2.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.2.1. Аппаратура, реактивы, растворы»;

дополнить абзацами (перед первым): «Бюретка 1(2)—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

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

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Кислота серная по ГОСТ 4204—77, концентрированная и раствор концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ моль/дм}^3$ (1 н.) или кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

третий абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 10816—64, 0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,1 %».

Пункт 3.2.2. Первый абзац до слова «раствором» изложить в новой редакции: «Около 2,0000 г препарата, предварительно высушенного над концентрированной серной кислотой до постоянной массы, помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и титруют из бюретки».

Пункт 3.2.3. Первый абзац перед словами «серной кислотой» дополнить словом: «концентрированной»;

экспликация к формуле. Заменить слова: «точно 1 н. раствора соляной или серной кислоты» на «раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 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 0,2 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4 \%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.3.1. Аппаратура и реактивы»;

дополнить абзацами (перед первым): «Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 ХС или ТФ ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац исключить.

(Продолжение см. с. 286)

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «30,00 г препарата помещают в стакан и растворяют, нагревая, в 250 см³ воды»;

второй абзац. Исключить слово: «кипящей»; заменить слова: «фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г» на «тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункт 3.4. Наименование. Исключить слова: «из нитратов, нитритов и др.»;

второй абзац до слов «растворяют в воде» изложить в новой редакции: «При этом 4,00 г препарата помещают в круглодонную колбу (Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82)».

Пункт 3.5. Первый абзац до слова «затем» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.1—74. При этом 0,50 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563—75) и растворяют в 10 см³ воды. К раствору прибавляют 1—2 капли *n*-нитрофенола, нейтрализуют раствором серной кислоты с массовой долей 20 % до обесцвечивания раствора, прибавляя ее по каплям, перемешивая платиновым шпателем (ГОСТ 6563—75)».

Пункт 3.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 см³ (с меткой на 25 см³), растворяют в 10 см³ воды, прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и, тщательно перемешивая, медленно нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 10 % до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 5 мин. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Далее определение проводят фототурбидиметрическим методом»;

шестой абзац. Заменить слова: «(способ 3)» на «(в объеме 50 см³)».

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 15 см³), смачивают 8 см³ воды, прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и осторожно, по каплям, прибавляют раствор азотной кислоты до растворения препарата и обесцвечивания раствора».

Пункт 3.8. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды, осторожно, перемешивая, прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим методом (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим методом (в объеме 40 см³), не прибавляя раствора азотной кислоты».

Пункт 3.9.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82».

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

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

третий абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 9859—74, 0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,1 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 3760—64, 10 %-ный раствор» на «по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 10 %»;

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

(Продолжение см. с. 287)

Пункт 3.9.2. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «2,00 г препарата помещают в коническую колбу».

Пункт 3.10. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 3,00 г препарата»; седьмой абзац. Заменить слово: «количестве» на «объеме».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.11а—3.11а.4 (перед п. 3.11):

«3.11а. Определение массовой доли кальция и магния в пересчете на магний атомно-абсорбционным методом»

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

Атомно-абсорбционный спектрофотометр типа «Сатурн» или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Лампы с полым катодом на Mg и Ca.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 6(7)—2—2 и 6(7)—2—5(10, 25) по ГОСТ 20292—74.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Магний сернистый 7-водный по ГОСТ 4523—77.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Калий углекислый кислый по настоящему стандарту с известным содержанием определяемых примесей, учитываемых при построении градуировочного графика.

Растворы, содержащие 1 мг/см³ Mg и Ca; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см³ Mg и Ca (раствор А).

3.11а.2. *Подготовка к анализу*

3.11а.2.1. *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.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В шесть мерных колб помещают по 5,00 г препарата, растворяют в 30 см³ воды и вводят объемы раствора А, указанные в табл. 1а.

Объемы растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1а

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см ³	Масса примеси в 100 см ³ раствора сравнения, мг		Массовая доля примеси кальция и магния в пересчете на магний и препарат, %
		Mg	Ca	
1	—	—	—	—
2	1,0	0,1	0,1	3,2·10 ⁻³
3	1,5	0,15	0,15	4,8·10 ⁻³
4	5,0	0,5	0,5	1,6·10 ⁻²
5	10	1,0	1,0	3,2·10 ⁻²
6	20	2,0	2,0	6,4·10 ⁻²

3.11а.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в ацетиленовом пламени, используя аналитические линии Ca — 422,7 нм и Mg — 285,2 нм.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее

(Продолжение см. с. 288)

арифметическое атомного поглощения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения.

После каждого измерения распыляют воду.

3.11а.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значение атомного поглощения на оси ординат, массовые доли кальция или магния в пересчете на магний и препарат в процентах — на оси абсцисс.

Массовые доли кальция или магния в пересчете на магний в препарате в процентах находят по графику.

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

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

Пункт 3.11.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Бюретка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—34 по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац. Заменить слова: «10%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «1-[1-окси-2-нафтилазо]-6-нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты натриевая соль, индикатор, эрихром черный Т), индикаторная смесь; готовят по ГОСТ 10398—76»;

пятый абзац. Заменить слова: «с рН 9,5—10» на 1;

шестой абзац исключить;

восьмой абзац. Заменить единицу: мг/мл на мг/см³;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—75, раствор концентрации точно c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,05 М); готовят по ГОСТ 10398—76; соответствующим разбавлением водой получают раствор концентрации точно c (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм³ (0,01 М)».

Пункт 3.11.2. Первый абзац до слов «Раствор нагревают» изложить в новой редакции: «2,50 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 90 см³ воды и нейтрализуют по лакмусовой бумажке из пипетки раствором соляной кислоты (около 9 см³). Объем соляной кислоты записывают»; заменить слова: «из микробюретки 0,01 М раствором трилона Б» на «из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,01 моль/дм³»;

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

Пункт 3.11.3. Экспликация к формуле. Заменить слова: «точно 0,01 М раствора трилона Б» на «раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм³» (3 раза);

второй абзац. Заменить значение: 10 г на 10,00 г;

третий абзац. Заменить слово: «количестве» на «объеме»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,0005 %»;

дополнить абзацем: «При разногласиях в оценке массовой доли кальция и магния в пересчете на магний анализ проводят атомно-абсорбционным методом».

Пункт 3.12.1. Наименование. Заменить слово: «Приборы» на «Аппаратура»; первый абзац дополнить словами: «с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками»;

(Продолжение см. с. 289)

второй абзац исключить;

дополнить абзацами (после четвертого): «Колба 2—100—2 и 2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Пилетка 6(7)—2—14(2) по ГОСТ 20292—74.

Стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов»;

десятый абзац. Заменить единицу: мг/мл на мг/см³.

Пункт 3.12.2.1 до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «0,50 г препарата помещают в стакан».

Пункт 3.12.2.2. Заменить слово: «количества» на «объемы»;

таблица 4. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения натрия в виде добавок, мг/100 мг» на «Масса натрия в 100 см³ раствора сравнения, мг».

Пункт 3.12.3. Второй абзац. Заменить слова: «возрастания содержания» на «возрастания массовых долей», «максимального содержания» на «максимальных массовых долей».

(Продолжение см. с. 290)

Пункт 3.12.4. Второй абзац после слов «в препарате» дополнить словами: «в процентах»;

третий абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.13. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 5,00 г препарата»;

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

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1».

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления».

(ИУС № 6 1988 г.)