

18289-78



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

**НАТРИЙ ВОЛЬФРАМОВОКИСЛЫЙ
2-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 18289-78

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР

ПО СТАНДАРТАМ

Москва

**РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности
ИСПОЛНИТЕЛИ**

Т. Г. Макова, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина, Г. И. Федотова, З. А. Жукова,
Л. В. Кидярова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии В. Ф. Ростунов

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государствен-
ного комитета СССР по стандартам от 30 ноября 1978 г. № 3194**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**РЕАКТИВЫ****НАТРИЙ ВОЛЬФРАМОВОКИСЛЫЙ 2-ВОДНЫЙ****Технические условия**

Reagents. Sodium tungstate 2-aqueous.
Specification

ГОСТ**18289—78**

Взамен
ГОСТ 18289—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 ноября 1978 г. № 3194 срок действия установлен

с 01.01.1980 г.

продолж до 01.01.1980 г. 90 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

УКС 6-84г

Настоящий стандарт распространяется на реагент — 2-водный вольфрамовокислый натрий, представляющий собой белый кристаллический порошок, легко растворимый в воде, слабо растворимый в аммиаке, нерастворимый в спирте; разлагается неорганическими кислотами, на воздухе выветривается.

Формула $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 329,81.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 2-водный вольфрамовокислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 2-водный вольфрамовокислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Название показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.з.)	Чистый (ч.)
1. Массовая доля 2-водного вольфрамовокислого натрия ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), %, не менее	99,0	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,01	0,02
3. Массовая доля азота (N) из нитратов, нитритов и др., %, не более	0,01	0,02
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01	0,02
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,003	0,010
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,002
7. Массовая доля молибдена (Mo), %, не более	0,002	0,005
8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0005	0,0005
9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,003
10. pH 5%-ного раствора препарата	8—10	8—10

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 2.1. 2-водный вольфрамовокислый нагрят токсичен, может вызывать лихорадку и сердечную недостаточность.
- 2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки).
- 2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- 3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 150 г.

4.2. Определение массовой доли 2-водного вольфрамовокислого натрия

4.2.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,1 н. раствор.

Д (—) Маннит по ГОСТ 8321—74.

Метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853—51, 0,1% -ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850-72, 1%-ный спиртовой раствор.

4.2.2. Проведение анализа

Около 0,5 г тщательно расгертого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 50 мл воды, прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и, если раствор окрашивается в розовый цвет, нейтрализуют раствором соляной кислоты до обесцвечивания.

Затем прибавляют 1—2 капли раствора метилового красного, 2 г Д(—) Маннита и титруют раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски раствора в розовую.

4.2.3. Обработка результатов

Массовую долю 2-водного вольфрамокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,03298 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование по метиловому красному, мл; 0,03298 — масса 2-водного вольфрамокислого натрия, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, г; m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, 25%-ный раствор.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 9775-69.

4.3.2. Проведение анализа

20 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 500 мл и растворяют в 200 мл воды. Раствор нагревают на кипящей водяной бане до полного просветления и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 300 мл горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

Препарал считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 2 мг,
для препарата чистый — 4 мг.

4.4. Определение массовой доли азота из нитратов, нитритов и др.

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74, при этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки.

10 мл полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в круглодонную колбу, прибавляют воду и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,
для препарата чистый — 0,02 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли азота анализ проводят фотометрическим методом.

4.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74, при этом 4 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 150 мл (с меткой на 100 мл) и растворяют в 40 мл воды. Затем прибавляют 25 мл концентрированной соляной кислоты (ГОСТ 3118—77, х. ч.), 5 мл 25%-ного раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15—20 мин. Содержимое колбы охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают, дают осадку отстояться и фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячей водой (не добиваясь абсолютной прозрачности фильтрата). Первые 10 мл фильтрата отбрасывают.

10 мл фильтрата (соответствуют 0,4 г препарата) помещают в фарфоровую чашку и выпаривают на кипящей водяной бане до суха. Сухой остаток растворяют в 1 мл 10%-ного раствора соляной кислоты и 25 мл воды, фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячей водой, и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ I) методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,
для препарата чистый — 0,08 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74, при этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают

в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 20 мл воды, содержащей 1 г лимонной кислоты (ГОСТ 3652—69) или трехзамещенного лимоннокислого натрия (ГОСТ 22280—76), и по каплям, при перемешивании, прибавляют 1 мл раствора азотной кислоты. Если раствор мутный, его фильтруют через тщательно промытый 1%-ный раствором азотной кислоты беззольный фильтр.

Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), не прибавляя раствор азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг Cl,
для препарата чистый — 0,050 мг Cl,

1 г лимонной кислоты или трехзамещенного лимоннокислого натрия, 1 мл раствора азотной кислоты и 1 мл раствора азотнокислого серебра.

4.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75, при этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 15 мл воды, прибавляют 0,5 мл раствора соляной кислоты и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя в анализируемый раствор раствор соляной кислоты и прибавляя в растворы сравнения по 0,5 мл раствора соляной кислоты вместо 1 мл.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,
для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

4.8. Определение массовой доли молибдена

4.8.1. Химический метод

4.8.1.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76, 30%-ный раствор.

Раствор, содержащий Mo; готовят по ГОСТ 4212—76.

Фенилгидразин солянокислый по ГОСТ 5834—73, 10%-ный раствор, профильтрованный через беззольный фильтр.

4.8.1.2. Проведение анализа

0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 5 мл воды, 5 мл раствора трехзамещенного лимоннокислого натрия, 20 мл уксусной кислоты, перемешивают до растворения препарата, прибавляют 5 мл раствора солянокислого фенилгидразина, нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин и охлаждают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на фоне молочного стекла окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Mo,

для препарата чистый — 0,025 мг Mo,

5 мл раствора трехзамещенного лимоннокислого натрия, 20 мл уксусной кислоты и 5 мл раствора солянокислого фенилгидразина.

4.8.2. Спектрографический метод

4.8.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения (изображение источника света сфокусировано в фокальной плоскости) и трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-2.

Микрофотометр типа МФ-2.

Спектропроектор типа ПС-18.

Весы торсионные типа ВТ с ценой деления 1 мг.

Угли графитированные для спектрального анализа марки ОС.Ч 7-3 (электроды угольные) диаметром 6 мм; верхний электрод (катод) заточен на усеченный конус, нижний (анод) — с цилиндрическим каналом диаметром 4 мм, глубиной 4 мм.

Фотопластиинки спектрографические типа ЭС, чувствительностью 7 отн. единиц.

Молибдена (VI) окись.

Натрий вольфрамокислый 2-водный (основа) по настоящему стандарту, не содержащий молибдена или с минимальной массовой долей его, которую определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при приготовлении образцов сравнения.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидрохинон (пара-диоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Мегол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71.

Натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429—76.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

раствор Б—16 г безводного углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

4.8.2.2. Подготовка к анализу

Анализируемую пробу тщательно растирают в ступке из органического стекла в течение 10 мин.

Готовят образцы сравнения на основе 2-водного вольфрамо-кислого натрия, не содержащего молибдена или с минимальной массовой долей его.

Готовят головной образец с массовой долей молибдена 1% растиранием в ступке из органического стекла 0,0075 г окиси (VI) молибдена и 0,4920 г 2-водного вольфрамо-кислого натрия.

Смешивают соответствующие количества головного образца с основой и получают образцы с массовой долей молибдена, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Номер образца сравнения	Массовая доля молибдена в образцах сравнения, %
1	0,1
2	0,01
3	0,005
4	0,002

4.8.2.3. Проведение анализа

Анализ проводят в дуге переменного тока при следующих условиях:

Сила тока, А	12
Ширина щели, мм	0,01
Высота диафрагмы на средней линии конденсорной системы, мм	5
Экспозиция, с	60
Вырезаемая область спектра, нм	252—337

Перед съемкой спектрограммы электроды обжигают при силе тока 10 А в течение 10 с.

Анализируемую пробу и образцы сравнения плотно набивают в кратеры угольных электродов. Масса навески определяется раз мером канала.

Спектры анализируемой пробы и образцов сравнения снимают на одной фотопластинке не менее трех раз, ставя каждый раз новую пару электродов.

4.8.2.4. Обработка результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова тщательно промывают и высушивают на воздухе (при помощи вентилятора).

Затем фотометрируют аналитические спектральные линии молибдена и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой.

Аналитические линии молибдена 313,25 и 315,81 нм.

Вычисляют разность почернений (ΔS)

$$\Delta S = S_{\text{a+ф}} - S_{\text{ф}},$$

где $S_{\text{a+ф}}$ — почернение линии молибдена с фоном;

$S_{\text{ф}}$ — почернение линии фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение ($\Delta S'$) разности почернений для молибдена в анализируемой пробе и в образце сравнения.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если величина $\Delta S'$ анализируемой пробы не будет превышать $\Delta S'$ образцов сравнения: № 3 для препарата чистый и № 4 для препарата чистый для анализа.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 25 % относительно вычисляемой величины.

При разногласиях в оценке массовой доли молибдена анализ проводят спектрографическим методом.

4.9. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75, при этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 200 мл и растворяют в 100 мл воды.

20 мл полученного раствора (соответствуют 0,2 г препарата) помещают в колбу прибора для определения мышьяка и далее определение проводят по способу 2.

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

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг А,
для препарата чистый — 0,001 мг А,
20 мл раствора серной кислоты, 0,5 мл раствора 2-водного двух-
лористого олова и 5 г цинка.

4.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76, при этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 15 мл воды и далее определение проводят тиоацетамидным методом фотометрически или визуально.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,
для препарата чистый — 0,03 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрически.

4.11. Определение pH 5%-ного раствора препарата

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 200 мл, растворяют в 95 мл дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готвят по ГОСТ 4517—75), и измеряют pH раствора на pH-метре со стеклянным электродом.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид упаковки: Б-1, Б-5п.

Группа фасовки: III, IV, V.

На этикетке должна быть надпись: «Токсичен».

5.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие 2-водного вольфрамокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения препарата, установленных стандартом.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления. По истечении указанного срока хранения препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

**Изменение № 1 ГОСТ 18289—78 Реактивы. Натрий вольфрамокислый 2-водный.
Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
СССР по стандартам от 25.05.89 № 1324**

Дата введения 01.01.90

Написание стандарта. Заменить слова: «Specification» на «Specifications»; Под написанием стандарта проставить код: ОКП 26 2112 0230 07.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³.

Вводная часть. Исключить слова: «реактив»; «Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для первой категории качества».

Пункт 1.2. Таблица 1. Головку дополнить кодами ОКП: графа «Чистый для анализа (ч.д.а.)» — ОКП 26 2112 0232 05; графа «Чистый (ч)» — ОКП 26 2112 0231 06;

(Продолжение см. с. 198)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18289—78)

графа «Назначение показателя». Показатели 3, 10 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля общего азота (N), %, не более»; «10. pH раствора препарата с массовой долей 5 %»;

графа «Норма». Заменить значения: 99,0 на 99; 98,0 на 98.

Пункт 2.1 после слова «токсичен» дополнить словами: «раздражает кожу, верхние дыхательные пути, вызывает нарушения со стороны желудочно-кишечного тракта».

Пункт 2.3. Исключить слово: —механической».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2. «3.2. Массовые доли общего азота, сульфатов, железа, молибдена, мышьяка и тяжелых металлов определяют периодически в каждой 10-й партии».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.1а (перед п. 4.1):

«4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления

(Продолжение см. с. 199)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18289—78)

10 мг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг).

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реагентов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 4.2.1. Наименование изложить в новой редакции и дополнить абзацами (перед первым):

«4.2.1. Аппаратура, реагенты и растворы»

Бюretteka 1/2—2—50—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. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(HCl) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

четвертый абзац. Заменить слова: «до ГОСТ 5853—51, 0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»;

пятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

последний абзац изложить в новой редакции: «Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77».

Пункт 4.2.2. Первый абзац до слов «растворяют в 50 мл воды» изложить в новой редакции: «Около 0,5000 г тщательно растертого препарата помещают в коническую колбу».

Пункт 4.2.3. Формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³» (2 раза);

последний абзац после слов «параллельных определений» изложить в новой редакции: «абсолютное расхождение между которыми 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 4.3.1. Второй абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»; готовят по ГОСТ 4517—87»;

третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9775—79 на ГОСТ 25336—82;

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

Цилиндр 1/3—250 или 1—500 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см³ воды. Раствор нагревают на испарительной бане до полного просветления и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10 \%$ для препарата квалификации «чистый для анализа» и $\pm 20 \%$ для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 4.4. Наименование и первый абзац изложить в новой редакции. «4.4. определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 1770—74), растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки»;

второй абзац до слов «прибавляют воду» изложить в новой редакции: «20 см³ полученного раствора (соответствуют 0,20 г препарата) для препарата квалификации «чистый для анализа» или 10 см³ полученного раствора (соответствуют 0,10 г препарата) для препарата квалификации «чистый» помещают пипеткой в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82)»;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,01 мг на 0,02 мг;

последний абзац после слов «массовой доли» дополнить словом: «общего».

Пункт 4.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 4,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (с меткой на 100 см³) и растворяют в 40 см³ воды. Затем прибавляют 25 см³ концентрированной соляной кислоты (ГОСТ 3118—77, х. ч.), 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % (готвят по ГОСТ 4517—87) и нагревают на водяной бане в течение 15—20 мин. Содержимое колбы охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают, дают осадку отстояться и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой (не добиваясь абсолютной прозрачности фильтрата). Первые 10 см³ фильтрата отбрасывают»;

второй абзац до слов «тщательно промытый» изложить в новой редакции: «10 см³ фильтрата (соответствуют 0,40 г препарата) помещают пинеткой в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80) и выпаривают на водяной бане досуха. Суход остаток растворяют в 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % и 25 см³ воды, фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента»; дополнить словами: «не прибавляя раствор соляной кислоты».

Пункт 4.6. Первый абзац. Заменить слова: «при этом 0,5 г препарата взвешиваются с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 0,50 г препарата»; 1%-ным раствором азотной кислоты беззоленный фильтр» на «раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % обеззоленный фильтр «синяя лента»;

второй абзац дополнить словами: «в объеме 25 см³.

Пункт 4.7. Первый абзац до слов «вместимостью 50 мл» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу»; заменить значение: 15 мл на 20 см³.

Пункт 4.8.1.1. Наименование изложить в новой редакции и дополнить абзацами (перед первым):

«4.8.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74;

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

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Раствор массовой концентрации молибдена (Mo) 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением, готовят раствор массовой концентрации молибдена (Mo) 0,01 мг/см³»;

последний абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор, профильтрованный через беззоленный фильтр» на «раствор с массовой долей 10 %, профильтрованный через обеззоленный фильтр «синяя лента».

Пункт 4.8.1.2. Первый абзац до слов «прибавляют 5 мл воды» изложить в новой редакции: «0,50 г препарата помещают в коническую колбу»; исключить слово: «кипящей».

Пункт 4.8.2.1 дополнить абзацем (после седьмого): «Ступка и пестик из органического стекла»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Молибден (VI) оксид для спектрального анализа по ТУ 6—09—01—269—85 или молибден (VI) оксид по ТУ 6—09—4471—77»;

четырнадцатый—семнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.

Натрий сульфит 7-водный (натрий сернистокислый), ч.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79»;

двадцатый абзац. Заменить слово: «сернистокислого» на «сульфита»;

двадцать первый абзац. Исключить слово: «безводного»;

двадцать второй абзац перед словами «серноватистокислого натрия» дополнить словом: «б-водного»;

(Продолжение изменения к ГОСТ 18289—78)

дополнить абзацами: «Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками».

Пункт 4.8.2.2. Третий абзац. Заменить слово: «окиси» на «оксида»; четвертый абзац. Заменить слово: «количества» на «массы».

Пункт 4.8.2.3 после слов «в течение 10 с» дополнить словами: «Все приспособления предварительно тщательно протирают ватным тампоном, смоченным в этиловом спирте».

Пункт 4.8.2.4. Предпоследний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25 %».

Пункт 4.9. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82) и растворяют в 100 см³ воды»; второй абзац после слова «помещают» дополнить словом: «спинкой»; заменить слова: «по способу 2» на «визуальным методом с применением бромнортузной бумаги в сернокислой среде»;

третий абзац. Заменить слово и обозначение: «бумажки» на «бумаги» (2 раза), А на Аз (2 раза).

Пункт 4.10. Первый абзац до слова «помещают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 1,00 г препарата».

Пункт 4.11 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 202)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18289—78)

«4.11. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), прибавляют цилиндром (ГОСТ 1770—74) 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), тщательно перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 pH.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 pH.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,1 pH при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 5.1. Второй — четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 9, подкласс 9.1 и классификационный шифр 9153).»

Пункты 6.1, 6.2 изложить в новой редакции:

«6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 2-водного вольфрамокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

(ИУС № 8 1989 г.)

Редактор *Р. С. Федорова*

Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*

Корректор *В. Ф. Малютина*

Сдано в набор 06.12.78 Подп. в печ. 14.02.79 0,75 п. л. 0,61 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.
Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новокрестенский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 3619