

Изменение № 3 ГОСТ 9336—75 Реактивы. Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.09.90 № 2579

Дата введения 01.07.91

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 2а.3. Заменить слова: «механической вентиляцией» на «вентиляцией»; в местах наибольшего пыления следует предусмотреть местные отсосы.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовые доли сульфатов, меди и свинца изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии».

Пункт 3.1а. Заменить ссылку: СТ СЭВ 804—77 на ГОСТ 27025—86; дополнить абзацами: «При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г».

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть менее 120 г» на «должна быть не менее 60 г».

Пункт 3.2.1. Наименование. Исключить слово: «посуда»;

четвертый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»;

пятый абзац. Заменить слова: «0,2 %-ный раствор в растворе углекислого натрия» на «раствор с массовой долей 0,2 % в растворе углекислого натрия»;

седьмой абзац исключить;

последний абзац. Заменить значение: 1—50 на 1(3)—50.

Пункт 3.2.2. Исключить слово: «капли»; после слова «титруют» дополнить словом: «из бюретки».

Пункт 3.2.3. Последний абзац после слов «параллельных определений» изложить в новой редакции: «абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,7\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Наименование дополнить словом: «аппаратура»;

первый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517—87»;

третий абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87»;

последний абзац изложить в новой редакции: «раствор массовой концентрации PO_4 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации PO_4 0,01 мг/см³»;

дополнить абзацами: «колбы Кн-2—250—34 ТХС и Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82»;

пипетки 2(3)—2—10, 6(7)—2—10 и 4(5)—2—2 по ГОСТ 20292—74»;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2. Второй абзац после слов «вместимостью 100 см³» дополнить словами: «(с меткой на 60 см³)»; заменить слова: «до 60 см³» на «до метки»; исключить слова: «раствор, содержащий».

Пункт 3.4.1. Третий абзац исключить;

дополнить абзацем: «цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.4.2. Первый абзац. Заменить слова: «на весах с максимальным пределом взвешивания 200 г» на «(результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 35\%$ для препарата «чистый для анализа» и $\pm 15\%$ — для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.5. Второй абзац. Заменить слова и ссылку: «25 %-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %»; ГОСТ

(Продолжение см. с. 96)

18300—72 на ГОСТ 18300—87; после слова «перемешивают» изложить в новой редакции: «Если раствор мутный, его фильтруют через трижды промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента», переносят в стакан или коническую колбу, прибавляют 6 см³ воды и далее определения проводят по ГОСТ 10671.5—74, не прибавляя раствора соляной кислоты»;

последний абзац после слов «емкостью 100 см³» дополнить ссылкой: (ГОСТ 25336—82); после слов «соляной кислоты» дополнить словами: «с массовой долей 25 %»; заменить слова: «плотный беззоленный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента».

Пункт 3.6. Первый абзац дополнить словами: «(способ 2)»;

второй абзац после слов «емкостью 250 см³» дополнить ссылкой: (ГОСТ 25336—82);

третий абзац после слова «помещают» дополнить словом: «цилиндром»;

шестой абзац. Заменить значение: 0,05 на 0,050;

седьмой абзац. Заменить значение: 0,1 на 0,100;

последний абзац после слов «прибавляют 50 см³» изложить в новой редакции: «раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 10 см³ раствора азотнокислого серебра, оставляют в покое на 18—20 ч, затем фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %».

Пункт 3.7.1. Первый абзац. Заменить слова: «(или ДФС-8)» на «(или ДФС-8, ДФС-13)»;

седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции: «угли графитированные для спектрального анализа, ос.ч. 7—3 (электроды угольные); верхний электрод заточен на усеченный конус, в нижнем высверлен канал диаметром 3,2 мм и глубиной 7 мм;

фотопластинки спектральные типа II: чувствительностью 15 отн. ед. для определения свинца и железа, изохром чувствительностью 100—130 отн. ед. для определения меди»;

дополнить абзацем (после восьмого): «ступка из органического стекла»;

девятый—одиннадцатый абзацы изложить в новой редакции: «железо (III) оксид, ос.ч. 2—4;

медь (II) оксид порошок, ос.ч. 9—2;

свинец (II) оксид»;

двенадцатый абзац. Исключить обозначение: «х.ч.»;

тринадцатый абзац. Заменить слова: «учитывают при построении градуировочного графика» на «учитывают при приготовлении градуировочных образцов сравнения»;

девятнадцатый, двадцатый абзацы изложить в новой редакции: «натрий сульфит 7-водный;

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

двадцать третий абзац. Заменить слова: «сернисто-кислого натрия» на «7-водного сульфита натрия», «кристаллического» на «10-водного»; исключить слово: «безводного»;

двадцать четвертый абзац перед словом «серноватисто-кислого» дополнить словом: «5-водного»;

дополнить абзацем: «спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт».

Пункт 3.7.2. Первый абзац после слов «в течение 30 мин» изложить в новой редакции: «и помещают в каналы трех графитовых электродов»;

третий—пятый абзацы изложить в новой редакции: «Образцы готовят на основе порошкового графита.

Образец с массовой долей определяемых примесей по 1 %, в расчете на металл, готовят следующим образом: 0,0858 г оксида железа (III), 0,0646 г оксида свинца (II), 0,0750 г оксида меди (II) и 1,7746 г порошкового графита помещают в ступку из органического стекла, прибавляют 2 см³ этилового спирта и растирают в течение 3 ч.

Образцы с массовой долей примесей $1 \cdot 10^{-1}$, $1 \cdot 10^{-2}$, $5 \cdot 10^{-3}$, $2 \cdot 10^{-3}$ и для преарата «чистый для анализа» дополнительно с массовой долей $1 \cdot 10^{-3}$ готовят последовательным разбавлением предыдущих образцов порошковым графитом. К каждому образцу массой 0,25 г прибавляют 0,75 г метаванадиевокислота аммония, используемого в качестве основы, тщательно перемешивают в течение 20 мин и помещают в каналы трех графитовых электродов;

шестой абзац после обозначения ДФС-8 дополнить обозначением: (ДФС-13);

таблица 3. Графу «Условия» дополнить абзацем (перед первым): «Сила тока А»;

графу «Нормы» перед значением 0,015 дополнить значением: 10;

заменить значение: 295 на 295—304.

Пункт 3.7.3 дополнить словами: «Непосредственно перед анализом электроды с анализируемой пробой и образцами для построения градуировочного графика подсушивают под инфракрасной лампой в течение 20 мин».

Пункт 3.7.4. Предпоследний абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %»;

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

Пункт 3.8.1. Наименование дополнить словом: «посуда»;

первый абзац дополнить словами: «или спектрофотометр «Сатурн» в эмиссионном режиме»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «растворы массовой концентрации Na, K, Ca 1 мг/см³, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавле-

(Продолжение см. с. 98)

нием готовят растворы массовой концентрации Na, K, Ca 0,1 мг/см³ (раствор А);

десятый абзац исключить;

дополнить абзацем: «пипетка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.8.2. Второй абзац. Заменить слово: «переводят» на «переносят»;

таблица 4. Головка. Заменить слова: «Номера растворов сравнения» на «Номер раствора сравнения»; «Введено в раствор сравнения в виде добавок, мг/100 см³» на «Масса примесей в 100 см³ раствора сравнения, мг»; «Массовая доля, %» на «Массовая доля примесей в пересчете на препарат, %»;

раствор сравнения № 6 и соответствующие значения исключить;

последний абзац. Заменить слово и значение: «шесть» на «пять», 1 г на 1,00 г.

Пункт 3.8.3. Третий абзац. Заменить слово: «содержание» на «массовой доли»;

последний абзац. Заменить слова: «максимального содержания» на «максимальных массовых долей»; исключить слово: «воды».

Пункт 3.8.4. Второй абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

третий—последний абзацы исключить;

дополнить абзацами: «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 $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Второй абзац дополнить видом тары: 11—1;

третий абзац. Заменить слова: «не более 3000 г» на «VII, не более 10 кг»;

дополнить абзацем: «На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс опасности 6, подкласс 6.1, черт. 6а, классификационный шифр 6162) и серийный номер ООН 2859».

(ИУС № 12 1990 г.)