

Изменение № 1 ГОСТ 5868—78 Реактивы. Калий щавелевокислый 1-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.09.88 № 3158

Дата введения 01.03.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3422 0310 06.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Вводная часть. Исключить слова: «на реагент».

Пункт 1.2. Таблица 1. Головка. Наименование граф дополнить кодами ОКП: «Химически чистый» — ОКП 26 3422 0313 03; «Чистый для анализа» — ОКП 26 3422 0312 04; «Чистый» — ОКП 26 3422 0311 05;

исключить показатели 5, 10, 11 с нормами;

графа «Наименование показателя». Показатель 9 изложить в новой редакции: «9. Массовая доля кислот в пересчете на НС₂О₄, %, не более».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовые доли нерастворимых в воде веществ, тяжелых металлов, сульфатов и кислот в пересчете на НС₂О₄, изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии».

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

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2-го или 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной калиброванной посуды и аппаратуры по классу точности и реагентов по качеству не ниже отечественных».

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

дополнить абзацами (перед первым): «Бюretка 1(2,3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

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

Пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Термометр по ГОСТ 215—73.

Цилиндр 1(3)—50(100) или мензурка 50(100) по ГОСТ 1770—74.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83»;

второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации с (1/5 КМпО₄)' = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83»; заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87.

Пункт 3.2.2 изложить в новой редакции:

«3.2.2. Проведение анализа

Около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 50 см³ воды. К раствору прибавляют 10 см³ серной кислоты, нагревают до 60—70 °С и титруют из бюретки, не охлаждая, раствором марганцовокислого калия до неисчезающей розовой окраски».

Пункт 3.2.3. Формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,009211 \cdot 100}{m}.$$

где *V* — объем раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³;

0,009211 — масса 1-водного щавелевокислого калия, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³;

m — масса навески препарата, г»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений,

(Продолжение см. с. 280)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5868—78)

абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Второй абзац исключить;

дополнить абзацами: «Шкаф сушильный СНОЛ или аналогичного типа. Стаканчик В-2—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

Чаша ЧВК-1(2)—250 по ГОСТ 25336—82».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 150 см³ воды. Стакан накрывают чашкой (или часовым стеклом) и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч, затем фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

второй абзац. Заменить слова: «горячей воды» на «воды температурой 75—85 °С»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 % для препаратов химически чистый и чистый для анализа и 20 % для препарата чистый».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 25\%$ для препарата химически чистый, $\pm 20\%$ для препарата чистый для анализа и $\pm 10\%$ для препарата чистый при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 3.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ теплой воды, охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 10 см³ концентрированной азотной кислоты. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 60 см³) или визуально-нефелометрическим методом без добавления азотной кислоты».

Пункт 3.5. Первый абзац до слов «и прокаливают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 0,50 г препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» или 0,25 г препарата квалификации «чистый» помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563—75)»;

третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

четвертый абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу».

Пункт 3.6 исключить.

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 4,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), смачивают 5 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204—77) и нагревают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты. Сухой остаток смачивают 1 см³ раствора соляной кислоты, прибавляют 20 см³ воды и растворяют при нагревании. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят сульфосалициловым методом без добавления раствора соляной кислоты»;

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

Пункт 3.8. Первый абзац до слова «нагревают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), прибавляют 8 см³ азотной кислоты (ГОСТ 4461—77)»;

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

Пункт 3.9.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой

(Продолжение см. с. 231)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5868—78)

ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками»;

второй абзац исключить;

дополнить абзацами (после пятого): «Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74. Пипетка 6(7)—2—10, 6(7)—2—25 или 2—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 3(1)—25 по ГОСТ 1770—74»;

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

дополнить абзацами: «Калий щавелевокислый 1-водный по настоящему стандарту с минимальным содержанием примесей или раствор с массовой долей 5 % (раствор Б).

Все исходные растворы, растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде не более двух месяцев».

Пункты 3.9.2.1, 3.9.2.2 изложить в новой редакции:

«3.9.2.1. Приготовление анализируемых растворов

1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.2.2. Приготовление растворов сравнения

В шесть мерных колб помещают по 20 см³ раствора Б и указанные в табл. 2 объемы раствора А.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см ³	Масса натрия в 100 см ³ раствора сравнения, мг	Массовая доля натрия в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	1	0,1	0,01
3	2	0,2	0,02
4	4	0,4	0,04
5	6	0,6	0,06
6	8	0,8	0,08

Затем растворы перемешивают, доводят их объемы водой до метки и опять тщательно перемешивают».

Пункт 3.9.3. Третий абзац изложить в новой редакции: «После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примеси натрия»;

четвертый абзац. Заменить слова: «максимального содержания» на «максимальных массовых долей», «воды» на «первого раствора сравнения».

Пункт 3.9.4. Первый, второй абзацы после слова «натрия» дополнить словами: «в процентах»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.10 изложить в новой редакции: «3.10. Определение массовой доли кислот в пересчете на HClO_4 ».

Пункт 3.10.1. Наименование изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 232)

«3.10.1. Реактивы, растворы и аппаратура»;

первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87; второй абзац исключить;

третий абзац. Заменить слова: «0,02 н. и 10 %-ный растворы» на «раствор концентрации c (NaOH) = 0,02 моль/дм³ (0,02 н.) свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 25794.1—83 соответствующим разбавлением раствора концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и раствор с массовой долей 10 %»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками»;

дополнить абзацами: «Бюретка 6—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—29/32 по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-2—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.10.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «4,00 г препарата помешают в коническую колбу и растворяют в 150 см³ воды. Раствор кипятят в течение 5 мин, а затем колбу закрывают пробкой с вставленной в нее стеклянной трубкой, соединенной через защитную колбу с колбой, заполненной раствором гидроокиси натрия с массовой долей 10 %»;

второй абзац после слова «титруют» изложить в новой редакции: «из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,02 моль/дм³ до рН 8, измеряя рН раствора в процессе титрования на универсальном иономере со стеклянным электродом»;

шестой абзац. Исключить слово: «или»;

седьмой—девятый абзацы исключить;

десятый абзац изложить в новой редакции: «1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,02 моль/дм³ соответствует 0,00178 г НС₂О₄»;

одиннадцатый абзац исключить;

двенадцатый абзац. Заменить слово: «количество» на «объем»; исключить слова: «кислоты или»;

последний абзац изложить в новой редакции: «При разногласиях в оценке массовой доли кислот анализ проводят потенциометрическим методом».

Пункты 3.11, 3.12 исключить.

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Вид и тип тары» 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1 и 11—1»;

третий абзац дополнить обозначениями: «VI и VII»;

дополнить абзацем: «На тару наносят манипуляционные знаки «Боится сырости» и дополнительно для стеклянной тары «Осторожно, хрупкое!», «Верх, не кантовать» по ГОСТ 14192—77 и знаки опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 6, подкласс 6.2, черт. 66 и классификационный шифр 6213)».

Пункт 5.1 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 1-водного щавелевокислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения».

Пункт 5.2. Второй абзац исключить.

(ИУС № 12 1988 г.)