

Изменение № 1 ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия
Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России
от 14.10.92 № 1369

Дата введения 01.07.93

Под наименованием стандарта проставить код: **ОКП 26 3451 0050 05.**

По всему тексту стандарта заменить единицу физической величины: **мл на см³.**

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив»;
третий абзац. Заменить слово и дату: «Молекулярная» на «Относительная молекулярная», 1971 на 1985;
дополнить абзацем: «Допускается изготовление винной кислоты по ИСО 6353/3—87 (Р.93) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1—82 (приложение 2)».

Пункт 1.2. Таблица. Головку изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа ч. д. а ОКП 26 3451 0052 03	Чистый ч. ОКП 26 3451 0051 04

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 общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М.

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

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

(Продолжение см. с. 102)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5817—77)

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

Колба Кн-2—150—24 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770—74»;

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

второй абзац. Заменить слова: «0,5 н. раствор» на «раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

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

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

Пункт 3.2.2 до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «Около 1,0000 г препарата помещают в коническую колбу».

Пункт 3.2.3. Первый абзац. Формула. Эспликацию изложить в новой редакции:

«где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,03752 — масса винной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,5 моль/дм³, г»;

второй 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 $\pm 0,5$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82»;

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

Цилиндр 1—250—2 или мензурка 250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2 до слова «Остаток» изложить в новой редакции: «50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 250 см³ воды, стакан накрывают ча-

совым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака);

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 27184—86 из навески 10,00 г; второй—пятый абзацы исключить».

Пункт 3.5. Первый абзац до слова «выпаривают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563—75), прибавляют 1 см³ раствора углекислого натрия с массовой долей 1 % (ГОСТ 83—79)»;

второй абзац после слов «переносят раствор» изложить в новой редакции: «в коническую колбу вместимостью 50 см³. Если раствор мутный, его фильтруют через тщательно промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента», прибавляют 0,25 см³ раствора пероксида водорода с массовой долей 3 %, х. ч. (ГОСТ 10929—76) и кипятят на электрической плитке 2—3 мин».

Пункт 3.6. Первый абзац до слова «нагревают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 3,00 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563—75), смешивают с 0,5 г азотно-кислого магния (ГОСТ 11088—75) и»;

третий абзац. Заменить слова: «беззольный фильтр. Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 50 мл» на «обеззоленный фильтр «синяя лента». Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³».

Пункт 3.7. Первый абзац после слов «при этом» изложить в новой редакции: «2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 50 или 40 см³) и растворяют в 35 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %»;

второй абзац. Заменить слово: «нефелометрическим» на «нефелометрическим (способ 2)»;

третий абзац. Заменить значение: 0,01 на 0,010;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,04 на 0,040.

Пункт 3.8. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³».

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

дополнить абзацами (перед первым): «Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336—82».

Пипетки 4 5—2—1 2 и 6—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Пробирка диаметром 15 мм по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—25—2 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87»;

третий абзац. Заменить слова: «0,05 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,05 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1—83 без определения коэффициента поправки»;

пятый абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Са».

Пункт 3.9.2. Второй абзац. Заменить слова: «переносят в колбу вместимостью 50 мл, разбавляют водой до 25 мл» на «переносят в коническую колбу с меткой на 25 см³ и разбавляют водой до метки»; исключить слова: «из бесцветного стекла диаметром 15 мм».

Пункт 3.10 изложить в новой редакции: «3.10. Определение проводят по

ГОСТ 10485—75. При этом 1,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 см³ воды. Далее определение проводят методом с применением бромно-ртутной бумаги в серно-кислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме 0,0002 мг мышьяка и те же количества реактивов».

Пункт 3.11. Первый абзац. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата».

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

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

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

Пункт 6.1. Заменить слово: «меры» на «правила».

Пункт 6.2. Исключить слово: «механической».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 1 Обязательное

ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа. Часть 3. Вторая серия»

Р.93.(+) — ВИННАЯ КИСЛОТА

HOOC(CHOH)₂COOH

Относительная молекулярная масса — 150,09

Р.93.1. Техническое описание

Массовая доля винной кислоты

HOOC(CHOH) ₂ COOH, %, не менее	99,5
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005
Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002
Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005
Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01

Р.93.2. Приготовление испытуемого раствора

Растворяют 20 г препарата в воде и разбавляют до 200 см³ (раствор должен быть бесцветным и прозрачным),

Р.93.3. Проведение анализа

Р.93.3.1. Определение массовой доли винной кислоты

3 г препарата взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в 50 см³ воды и титруют раствором гидроокиси натрия $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ с использованием раствора фенолфталеина (0,2 см³).

1,00 см³ раствора гидроокиси натрия, $c(\text{NaOH}) = 1,000$ моль/дм³ соответствует 0,75045 г C₄H₆O₆.

Р.93.3.2. Определение массовой доли хлоридов

Берут 20 см³ испытуемого раствора (Р.93.2), подкисляют 1 см³ азотной кислоты и проводят анализ по ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ хлоридного раствора сравнения II (1 см³ = 0,0005 % Cl). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом:

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353/1—82.

1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.93.3.3. Определение массовой доли кальция, меди и свинца

Анализ проводят атомно-абсорбционным методом по ОМ 29* при следующих условиях

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	4	Воздух-ацетилен	422,7
Cu	5		324,7
Pb	5		217,0 или 283,3

Р.93.3.4. Определение массовой доли железа

Растворяют 0,05 г пероксодисульфата калия в смеси 20 см³ испытуемого раствора (Р.93.2), 30 см³ воды и 5 см³ соляной кислоты и добавляют 2 см³ раствора тиоцианата аммония с массовой долей 5 %.

Через 1 мин красная окраска не должна быть более интенсивной, чем окраска приготовленного таким же образом контрольного раствора с использованием 1 см³ железосодержащего раствора сравнения 11 (1 см³ = 0,0005 % Fe). Раствор сравнения 11 готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 8,63 г NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O растворяют в 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

Р.93.3.5. Определение остатка после прокаливании в виде сульфатов

Анализ проводят по ОМ 16* из навески 10 г.

Масса остатка после прокаливании не должна превышать 1 мг.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1.
Общие методы испытаний»

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Подкисляют указанный объем раствора 1 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 1 см³ раствора азотно-кислого серебра с массовой долей около 1,7 %. Через 2 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.29. Атомно-абсорбционная спектрометрия ААС (ОМ 29)

5.29.1. Общие указания

Испытуемый образец или его раствор всасывают в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активизируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорционально их количеству в

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353/1—82.

основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. Методика

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяет дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленных азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется использовать метод добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляется для серий (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого элемента.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация приводится в описаниях, относящихся к определяемому конкретному реактиву.

5.16. Определение остатка после прокаливания (ОМ 16)

Помещают указанную навеску в подходящий тигель или посуду, предварительно нагретую в печи, отрегулированной на температуру $(650 \pm 50)^\circ\text{C}$ в течение 15 мин, охлажденную и взвешенную с точностью до 0,1 мг. Нагревают, медленно поднимая температуру до тех пор, пока навеска не улетучится полностью или не обуглится, избегая возгорания органических продуктов. Охлаждают, прибавляют $0,25\text{ см}^3$ раствора серной кислоты к остатку и продолжают слабое нагревание до полного исчезновения паров серной кислоты. Затем нагревают посуду и остаток в печи, отрегулированной на температуру $(650 \pm 50)^\circ\text{C}$, в течение 15 мин (если не оговорено иначе), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

При мечание. Может оказаться более удобным испарять и обугливать большие навески несколькими последовательными порциями.

(ИУС № 1 1993 г.)