

Изменение № 1 ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.06.89 № 2179

Дата введения 01.01.90

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 26 1352 на ОКП 26 1352 0010 07.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Вводная часть. Исключить слово: «реактив —»; заменить слово: «гидроскопичные» на «гигроскопичные».

Пункт 1.2. Таблицу дополнить кодами ОКП: графу «Чистый для анализа» — ОКП 26 1352 0012 05; графу «Чистый» — ОКП 26 1352 0011 06;

графа «Наименование показателя». Показатель 3 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более»;

графа «Норма». Заменить значения: 98,0 на 98; 97,0 на 97.

Пункт 2.3. Исключить слово: «механической».

(Продолжение см. с. 186)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5456—79.)

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 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 по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 4.2.1. Найменование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюretка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2—200—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Пипетка 2—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74»;

(Продолжение см. с. 187)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5456—79)

второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации c (1/5KMnO₄)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные);

раствор готовят следующим образом: 50 г железоаммонийных квасцов растворяют в 200 см³ воды и 100 см³ раствора серной кислоты»;

последний абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517—87».

Пункт 4.2.2. Первый абзац. Заменить слова: «Около 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «Около 1,0000 г препарата»; исключить слова: «вместимостью 200 мл»;

второй абзац. Исключить слова: «вместимостью 250 мл»;

третий абзац изложить в новой редакции:

«Раствор быстро охлаждают под струей воды до комнатной температуры, прибавляют 150 см³ свежепропарченной воды комнатной температуры и титруют раствором марганцовокислого калия до перехода желтой окраски раствора в розово-желтую».

Пункт 4.2.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,003475 — масса гидрохлорида гидроксиламина, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г»;

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 0,3 %»;

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

Пункт 4.3.1 дополнить абзацами: «Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 200 см³ воды»;

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

последний абзац. Заменить значение: 1 мг на 1,0 мг;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0003 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 45 \%$ для препарата квалификации «чистый для анализа» и $\pm 20 \%$ для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.4 дополнить словами: «в виде сульфатов».

Пункт 4.4.1. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Пипетка 4(5)—2—2 по ГОСТ 20292—74.

Стакан В(Н)-1—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Чаша 200 по ГОСТ 19908—80»;

последний абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517—87».

Пункт 4.4.2. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 40 см³ воды.

В прокаленную до постоянной массы и взвешенную кварцевую чашу (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятич-

(Продолжение см. с. 188)

мого знака) помещают 30 см³ азотной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин»;

третий абзац. Заменить слово: «чашку» на «чашу»;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массы»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 25\%$ для препарата квалификации «чистый для анализа» и $\pm 10\%$ для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.5.1. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретки 6—2—2, 7—2—3 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4(5)—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

первый абзац. Заменить слова: «0,04 %-ный раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»;

последний абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации c (NaOH)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 4.5.2. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «2,00 г препарата помещают в коническую колбу»; заменить слово: «микробюретки» на «бюретки».

Пункт 4.5.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,00365 — масса соляной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г»;

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 0,02 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,01\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.6.1. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1(2)—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Воронка ВК-100 ХС по ГОСТ 25336—82.

Каплеуловитель КО-60 ХС по ГОСТ 25336—82.

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

Колба Кн-2—250—34 по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХПТ-3—300(400) по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74»;

третий абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации c (1/2 H₂SO₄)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»; четвертый абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»;

исключить слова: «по ГОСТ 5853—51»;

пятый абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации c (NaOH)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Натрия гидроокись, раствор с массовой долей 10 %, не содержащий аммония; готовят по ГОСТ 4517—87»; седьмой абзац исключить.

Пункт 4.6.2. Первый абзац до слов «и растворяют» изложить в новой редакции: «2,00 г препарата помещают в круглодонную колбу»;

второй абзац. Исключить ссылку: (ГОСТ 10359—75); после слова «прибавляют» изложить в новой редакции: «цилиндром 70 см³ раствора гидроокиси натрия».

(Продолжение см. с. 189)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5456—79)

рия с массовой долей 10 % и отгоняют $3/4$ объема в коническую колбу, содержащую 25 см³ раствора серной кислоты, отмеренных бюреткой. Избыток кислоты оттитровывают раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ в присутствии раствора метилового красного или смешанного индикатора».

Пункт 4.6.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем раствора серной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, добавленный в коническую колбу, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на обратное титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,00535 — масса хлористого аммония, соответствующая 1 см³ раствора серной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, г»;

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 0,05 %»;

дополнить абзацем:

«Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,05 \%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 10 см³ воды. В выпарительную чашку 1 (ГОСТ 9147—80) помещают 3 см³ азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) и нагревают в течение 5 мин на водяной бане, затем осторожно, по каплям, в чашку прибавляют анализируемый раствор, 1 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83—79) с массовой долей 1 %, перемешивают, выпаривают на водяной бане досуха и выдерживают еще 30 мин»;

второй абзац до слов «вместимостью 50 мл» изложить в новой редакции: «Сухой остаток растворяют в 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % и 5 см³ воды. Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, в коническую колбу».

Пункт 4.8. Первый абзац до слов «растворяют в 20 мл воды» изложить в новой редакции: «Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³»;

(Продолжение см. с. 190)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5456—79)

второй абзац исключить;

после слов «для препарата чистый — 0,014 мг» дополнить абзацем: «Допускается заканчивать определение визуально».

Пункт 4.9. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485—75 визуальным методом с применением бромиортутной бумаги в сенокислой среде из навески препарата массой 1,00 г»;

второй абзац. Заменить слово: «бумажки» на «бумаги».

Пункт 4.10.1. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-2—100—22 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор с массовой долей 10 %.

Раствор массовой концентрации Pb 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации Pb 0,01 мг/см³.

Пункт 4.10.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «5,00 г препарата помещают в коническую колбу (с притертой или резиновой пробкой), растворяют в 35 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора 3-водного уксуснокислого натрия, 10 см³ сероводородной воды (в вытяжном шкафу), перемешивают и закрывают колбу пробкой»;

последний абзац. Заменить значение: 0,05 мг на 0,050 мг; перед словами «уксуснокислого натрия» дополнить словом: «3-водного».

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4»;

третий абзац дополнить словами: «VII, не более 10 кг»;

дополнить абзацем: «Транспортная маркировка тары — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9163)».

Пункт 6.2 изложить в новой редакции: «6.2. Гарантийный срок хранения препарата — два года со дня изготовления».

(ИУС № 11 1989 г.)