

Изменение № 1 ГОСТ 4200—77 Реактивы. Кислота йодистоводородная. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.11.87 № 4167

Дата введения 01.05.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 1232 0010 06.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Вводную часть дополнить абзацем (после первого): «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества».

Пункт 1.2. Таблица. Головку изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Значение	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1232 0012 04	Чистый (ч.) ОКП 26 1232 0011 05

графа «Наименование показателя». Пункт 1. Исключить слова: «не менее»; пункт 2 исключить;

графа «Чистый для анализа». Исключить значение: 0,20;

графа «Чистый». Заменить значение: 50—54 на 54—57; исключить значение: 0,25.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «Определение массовых долей остатка после прокаливания, серы (в пересчете на SO₄), фосфора (в пересчете на PO₄) и тяжелых металлов изготовитель проводит в каждой десятой партии».

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

При выполнении операций взвешивания применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.1. Заменить значение и слова: 300 г на 750 г; «пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром» на «пипетками 4(5)—2—2 и 6(7)—2—10 (ГОСТ 20292—74) с резиновой грушей или цилиндром 1—25 (ГОСТ 1770—74)».

Пункты 3.2, 3.2.1 изложить в новой редакции:

«3.2. Определение массовой доли йодистоводородной кислоты

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретки 1(2,3)—2—50—0,1 и 1(2,6)—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—24/39 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Метиловый красный, индикатор, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

(Продолжение см. с. 178)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4200—77)

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = $=1$ моль/дм³ (1 н.).

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = $0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта».

Пункт 3.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «5 см³ (около 8 г) препарата быстро помещают в предварительно взвешенную колбу, в которую налито 15 см³ воды, и снова взвешивают (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). По разности результатов взвешивания определяют массу препарата»;

второй абзац. Заменить слова: «микробюретки» на «бюретки».

Пункты 3.2.3, 3.3, 3.4 изложить в новой редакции:

«3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю йодистоводородной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,1279 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,1279 — масса йодистоводородной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,3 %.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,2$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026—86 из навески 30 г (19 см³).

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания

30 г (19 см³) препарата помещают в выпарительную чашку 2 (ГОСТ 9147—80) или кварцевую чашу 50 (ГОСТ 19908—80), предварительно прокаленную при 600—700 °С и взвешенную (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), и выпаривают на водяной бане досуха.

Остаток смачивают 0,5 см³ серной кислоты и далее определение проводят по ГОСТ 27184—86 при 600—700 °С».

Пункт 3.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,5 см³ (4 г) препарата помещают в выпарительную чашку 1 (ГОСТ 9147—80) или кварцевую чашу 20 (ГОСТ 19908—80), прибавляют 2 см³ раствора азотной кислоты х.ч. (ГОСТ 4461—77) с массовой долей 25 %, 1 см³ раствора хлористого натрия х.ч. (ГОСТ 4233—77) с массовой долей 1 % и выпаривают на водяной бане до удаления йода.

(Продолжение см. с. 179)

Сухой остаток смачивают 3 см³ воды и выпаривают досуха. Остаток смачивают 1 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, выпаривают досуха, смачивают 3 см³ воды и снова выпаривают досуха.

Эту операцию повторяют 2—3 раза до полного удаления паров йода;

второй абзац. Заменить слова: «колориметрический стаканчик или в коническую колбу» на «колбу Кн-2—50—22 ТХС (ГОСТ 25336—82)».

Пункт 3.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 0,63 см³ (1 г) препарата помещают в выпарительную чашку 1 (ГОСТ 9147—80), прибавляют 0,2 см³ раствора азотной кислоты х.ч. (ГОСТ 4461—77) с массовой долей 25 %, 1 см³ раствора хлористого натрия х.ч. (ГОСТ 4233—77) с массовой долей 1 % и выпаривают на кипящей водяной бане досуха. Остаток смачивают 0,2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, выпаривают досуха, смачивают 3 см³ воды и снова выпаривают досуха. Эту операцию повторяют 2—3 раза до полного удаления паров йода. Сухой остаток растворяют при слабом нагревании на водяной бане в 0,5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 15 см³ воды. Раствор переносят количественно в мерную колбу 2—25—2 (ГОСТ 1770—74) и доводят объем водой до метки»;

шестой абзац. Заменить слова: «25 %-ного раствора азотной кислоты» на «раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %».

Пункт 3.7. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 0,63 см³ (1 г) препарата помещают в колбу Кн-2—100—22 ТХС (ГОСТ 25336—82 (с меткой на 40 см³), разбавляют 10 см³ воды, прибавляют в вытяжном шкафу 10 см³ раствора азотнокислого натрия х.ч. (ГОСТ 4197—74) с массовой долей 5 %, 4 см³ раствора серной кислоты х.ч. (ГОСТ 4204—77) с массовой долей 20 % и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячим раствором азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) с массовой долей 1 %, в колбу Кн-2—100—22 ТХС (ГОСТ 25336—82) (с меткой на 40 см³)»;

третий абзац. Исключить слова: «около 20 мин»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Раствор охлаждают, нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) в присутствии 1—2 капель раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 %, доводят объем водой до 37 см³ и да-

(Продолжение см. с. 180)

лее определение проводят визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 см³.

Пункт 3.8. Первый абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствора серноватистокислого натрия по СТ СЭВ 223—75» на «раствора 5-водного серноватистокислого натрия (ГОСТ 27068—86) концентрации точно 0,1 моль/дм³»; шестой абзац исключить.

Пункт 3.9. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 6,3 см³ (10 г) препарата помещают в выпарительную чашку 1 (ГОСТ 9147—80) или кварцевую чашу 20 (ГОСТ 19908—80), прибавляют 1 см³ раствора хлористого натрия (ГОСТ 4233—77) с массовой долей 1 % и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток смачивают 0,2 см³ раствора азотной кислоты х.ч. (ГОСТ 4461—77) с массовой долей 25 %, выпаривают досуха, смачивают 3 см³ воды и снова выпаривают досуха. Эту операцию повторяют 2—3 раза до полного удаления паров йода. После охлаждения остаток растворяют при нагревании на водяной бане в 2 см³ раствора соляной кислоты х.ч. (ГОСТ 3118—77) с массовой долей 25 % и 10 см³ воды. Раствор охлаждают, переносят в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82) (с меткой на 20 см³), прибавляют 1 см³ раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, нейтрализуют по лакмусовой бумаге раствором аммиака (ГОСТ 3760—79), доводят объем водой до 20 см³ и далее определение проводят тиацетамидным методом фотометрически или визуально, не прибавляя раствор 4-водного виннокислого калия-натрия»;

пятый абзац. Заменить слово: «результате» на «результат».

Пункт 4.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 3т-1, 3т-5.

Группа фасовки: III, IV, V, VI не более 1,5 кг.

На тару наносится знак опасности по ГОСТ 19433—81, класс 8 подкласс 8.1».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. Гарантии изготовителя»

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие йодистоводородной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — шесть месяцев со дня изготовления».

(ИУС № 2 1988 г.)