

Изменение № 2 ГОСТ 4110—75 Реактивы. Висмут (III) азотнокислый 5-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.09.90 № 2551

Дата введения 01.07.91

Наименование стандарта на английском языке. Заменить слово: «5-aqueous» на «pentahydrate».

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слова: «5-водный азотнокислый висмут (III) не ядовит, не огнеопасен, не взрывоопасен»; четвертый абзац исключить.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.1а (перед п. 1.1): «1.1а. 5-водный азотнокислый висмут (III) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке».

Пункт 1.1. Таблица 1. Графу «Наименование показателя» изложить в новой редакции:

«1. Массовая доля 5-водного азотнокислого висмута (III) ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), %, не менее

2. Массовая доля не растворимых в азотной кислоте веществ, %, не более

3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более

4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более

5. Массовая доля железа (Fe), %, не более

6. Массовая доля меди (Cu), %, не более

7. Массовая доля свинца (Pb), %, не более

8. Массовая доля магния (Mg), %, не более

9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более

10. Массовая доля натрия (Na), %, не более».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2:

«2.2. Массовую долю хлоридов, кальция, магния и натрия изготовитель определяет периодически в каждой 20-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 ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М».

Допускается применение других средств измерений 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» на «должна быть не».

Пункт 3.2. Наименование. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 0,5500 г препарата помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 10398—76»;

третий абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

«Жспликация к формуле. Первый, третий абзацы изложить в новой редакции:

«V — объем раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,00485 — масса 5-водного азотнокислого висмута (III), соответствующая 1 см³ раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,01 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 %»;

(Продолжение см. с. 92)

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

Пункт 3.3. Наименование. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.3.1. Наименование. Исключить слово: «Применяемые»;

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

третий абзац изложить в новой редакции: «тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336—82»;

дополнить абзацами: «стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1 (3)—100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2 до слова «Остаток» изложить в новой редакции: «50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 75 см³ раствора азотной кислоты. Раствор нагревают в течение 20 мин на водяной бане и 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 $\pm 45\%$ для препарата «чистый для анализа» и $\pm 30\%$ для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

«3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом»;

второй абзац. Заменить слова: «3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «3,00 г препарата»; «бумажке» на «бумаге»; «в колбу» на «в коническую колбу (ГОСТ 25336—82)»;

третий абзац изложить в новой редакции: «50 см³ полученного фильтрата (соответствуют 1 г препарата) для препарата «чистый для анализа» или 15 см³ фильтрата (соответствуют 0,3 г препарата) для препарата «чистый» помещают в фарфоровую (ГОСТ 9147—80) или кварцевую (ГОСТ 19908—80) чашку, прибавляют 0,5 г углекислого натрия (ГОСТ 83—79), выпаривают раствор до суха, затем осторожно прокаливают в муфельной печи при 500—600 °С до прекращения выделения паров. К остатку прибавляют 15 см³ горячей воды, нейтрализуют по *n*-нитрофенолу раствором соляной кислоты с массовой долей 10 %, фильтруют, доводят объем раствора водой до 25 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5—74».

Пункт 3.5. Наименование. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

первый абзац дополнить словами: «(способ 1)»;

второй абзац до слова «Объем» изложить в новой редакции: «При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и перемешивают до растворения препарата. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %»;

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

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

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

Пункт 3.6. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.6.1. Наименование. Исключить слово: «Применяемые»;

шестой абзац. Заменить обозначение: «о.с.ч. 7—3» на «ос.ч. 7—3»;

дополнить абзацами (после восьмого):

«пипетки 4 (5)—2—1 (2) и 6 (7)—2—5 по ГОСТ 20292—74;

чаша кварцевая 100 по ГОСТ 19908—80 или чашка платиновая № 118—4 по ГОСТ 6563—75»;

тринадцатый—семнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83;

натрий сульфит 7-водный;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или

натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76»;

восемнадцатый абзац до слова «на отсутствие» изложить в новой редакции: висмута (III) окись по ГОСТ 10216—75, проверенная»;

девятнадцатый абзац исключить;

двадцатый абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,1 мг/см³ Fe, Ca, Mg, Cu и Na»;

двадцать первый абзац. Заменить слова: «сернистокислого натрия» на «7-водного сульфита натрия»; «безводного углекислого» на «углекислого» и «кристаллического» на «10-водного»;

последний абзац. Заменить слова: «серноватистокислого» на «5-водного серноватистокислого».

Пункт 3.6.2 до слова «затем» изложить в новой редакции: «5,00 г препарата помещают в платиновую чашку, нагревают на плитке до удаления оксидов азота».

Пункт 3.6.3. Наименование. Заменить слово: «образцов» на «образцов сравнения»;

первый абзац до слова «Затем» изложить в новой редакции: «Для приготовления каждого образца сравнения 9,50 г окиси висмута (III), не содержащей определяемых элементов, помещают в платиновую чашку или кварцевую чашку»;

заменить слова и единицу: «количества» на «массы»; «образцов» на «образцов сравнения»; «содержащих» на «массовой концентрации»; мг/мл на мг/см³; таблицу 2 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 2

Номер образца сравне- ния	Масса примеси в образцах срав- нения, мг						Массовая доля примеси в образцах срав- нения, %					
	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb	Fe	Ca	Mg	Cu	Na	Pb
1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	1,0	0,001	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,005
2	0,4	0,2	0,2	0,3	0,3	4,0	0,002	0,0010	0,0010	0,0015	0,0015	0,020
3	0,6	0,4	0,4	0,5	0,5	5,0	0,003	0,0020	0,0020	0,0025	0,0025	0,025

Пункт 3.6.4. Исключить слова: «Анализ проводят в активизированной дуге переменного тока».

Пункт 3.6.5. Заменить слова: «образцами» на «образцами сравнения», «образцов» на «образцов сравнения».

Пункт 3.6.6. Последний абзац исключить;

дополнить абзацами: «Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS :

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии примеси + фона;

$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов сравнения

(Продолжение см. с. 94)

каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс логарифмы концентраций, по оси ординат — среднее арифметическое значение разности почернений ($\Delta S'$).

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 4.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4, 2-9, 6-1 (обернутые светонепроницаемой бумагой), 11-2, 11-6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII (до 50 кг);

дополнить абзацем: «На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112) и серийный номер ООН 1477».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции:

«5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 5-водного азотнокислого висмута (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

Стандарт дополнить разделом — 6:

«6. Требования безопасности

6.1. 5-водный азотнокислый висмут (III) по степени воздействия на организм относится к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005—88). Вызывает изменение в центральной нервной системе, печени, крови, раздражает кожу.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 0,5 мг/м³.

6.2. При работе с препаратом необходимо применять средства индивидуальной защиты.

6.3. Помещения, в которых проводится работа с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата проводят в вытяжном шкафу. В местах наибольшего пыления необходимо предусмотреть местные отсосы».

(ИУС № 12 1990 г.)