
Изменение № 2 ГОСТ 4109—79 Реактивы. Бром. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.09.89 № 2906

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив»; второй абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица. Графа «Чистый». Заменить значения: 0,05 на 0,02; 0,005 и 0,001 на «Не нормируется».

Пункт 2.1 до слова «действует» изложить в новой редакции:

«2.1. По степени воздействия на организм человека бром относится к высокоопасным веществам (2-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76). В жидком состоянии»;

дополнить абзацем: «Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 0,5 мг/м³».

Пункт 2.2. Второй абзац исключить.

Пункт 2.3 исключить.

Пункт 2.5. Исключить слово: «механической».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2: «3.2. Массовую долю остатка после прокаливания, органических веществ, сульфатов и йода изготовитель определяет периодически в каждой 5-й партии».

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

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

Пункт 4.1. Первый абзац. Заменить значение: 1000 г на 500 г;

второй абзац. Заменить слова: «Количество брома, необходимое» на «Объем брома, необходимый»; исключить слово: «мерным».

(Продолжение см. с. 300)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4109—79)

Пункт 4.2.1. Наименование изложить в новой редакции: «4.2.1. Реактивы, растворы и аппаратура»;

второй абзац. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»;

третий абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»; готовят по ГОСТ 4517—87»;

четвертый абзац. Заменить слова: «(тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75» на «(натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86»;

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

Колба Кн-1—100—19/26 (24/29; 29/32) ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 1(4, 5)—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.2.2. Первый абзац до слова «содержащую» изложить в новой редакции: «Около 0,1 см³ (0,2500—0,3000 г) препарата быстро помещают в предварительно взвешенную колбу»; заменить слова: «измерения» на «взвешивания в граммах»;

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

Пункт 4.2.3. Формула. Экспликация. Заменить слова: «серноватистокислого натрия» на «5-водного серноватистокислого натрия» (2 раза);

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3.1а (перед п. 4.3.1):

«4.3.1а. Реактивы и аппаратура

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Баня водяная.

(Продолжение см. с. 301)

Бумага фильтровальная марки ФОС по ГОСТ 12026—76.

Печь муфельная.

Чаша 50 по ГОСТ 19908—80.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Эксикатор 2—180(230) по ГОСТ 25336—82».

Пункт 4.3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «32 см³ (100 г) препарата, взятого по объему цилиндром, помещают в кварцевую чашу, предварительно прокаленную при 600 °С до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания (*m*) в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и выпаривают на водяной бане при температуре не выше 50 °С»; второй абзац. Заменить слово: «чашка» на «чаша» (3 раза);

последний абзац. Заменить значение: 50 мг на 20 мг;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при определении массовой доли остатка после прокаливания ±20%, при определении массовой доли органических веществ ±15% при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункты 4.4, 4.5.1 изложить в новой редакции: «4.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 3,2 см³ (10 г) препарата, взятого по объему пипеткой 6(7)—2—5, помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), прибавляют 2 см³ раствора хлористого натрия (ГОСТ 4233—77) с массовой долей 0,25% и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток смачивают 2—5 см³ воды и снова выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74), объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

20 см³ полученного раствора (соответствуют 4 г препарата) пипеткой 6(7)—2—25 или 2—2—20 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,04 мг SO₄,

для препарата чистый для анализа — 0,08 мг SO₄.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.5.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, насыщенный раствор, или натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79, насыщенный раствор.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74, раствор с массовой долей 0,6%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1:1.

Магний серноокислый 7-водный по ГОСТ 4523—77.

Натрий сульфит 7-водный, раствор с массовой долей 3%.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

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

Бюретка 1(2)—2—10—0,05 или 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-1—100—19/26 (24/29; 29/32) ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колба мерная 2—250—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—50, 1(4, 5)—2—1(2) и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Стакан Н—2—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(2, 3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Баня водяная.

pH-метр — милливольтметр pH-121 или иономер универсальный ЭВ-74 или другого типа.

Мешалка магнитная.

Электрод серебряный (индикаторный электрод), представляющий собой серебряную пластинку шириной 5—10 мм или проволоку диаметром 2—3 мм,

(Продолжение см. с. 302)

длиной 60—100 мм. Перед применением электрод зачищают тонкой наждачной бумагой, смоченной спиртом, ополаскивают водой и помещают на несколько часов в раствор бромистого калия. Перед началом работы электрод повторно промывают водой.

Электрод хлорсеребряный ЭВЛ-1НЗ (электрод сравнения), заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия или натрия.

Электроплитка».

Пункт 4.5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «2,5—3,0 см³ препарата, взятого пипеткой 6(7)—2—5, помещают в коническую колбу, предварительно взвешенную, содержащую 25 см³ раствора бромистого калия, и взвешивают на тех же весах. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака»;

второй абзац после слов «обесцвечивания раствора» изложить в новой редакции: «охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу, прибавляют 2—3 капли раствора 7-водного сульфата натрия, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают»;

третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «50 см³ полученного раствора переносят в стакан, прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты и 3—5 г 7-водного сернокислого магния.

Электроды промывают водой, погружают в анализируемый раствор, присоединяют к рН-метру или иономеру, после чего раствор титруют раствором азотнокислого серебра из бюретки по каплям при перемешивании магнитной мешалкой. При этом сначала титруется оставшийся бром-ион, а затем хлор-ион. Конец титрования бром-иона и хлор-иона устанавливают по резкому изменению потенциала».

Пункт 4.5.3 дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,005 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,003$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.6.1 изложить в новой редакции:

«4.6.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Бром, насыщенный водный раствор (бромная вода); готовят по ГОСТ 4517—87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 4 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой долей 10 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20 %.

Раствор, содержащий йодиды (J); готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации J 0,01 мг/см³.

Колба 1(2)—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1(2)—100—18(22, 34) ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1—(2), 6(7)—2—5(10) или 2—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пробирка П4—15(20)—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Электроплитка».

Пункт 4.6.2. Первый абзац до слов «4 см³ раствора» изложить в новой редакции: «1,6 см³ (5 г) препарата химически чистый или 0,32 см³ (1 г) препарата чистый для анализа пипеткой 4(5)—2—2 помещают в коническую колбу, прибавляют 20 см³ воды»;

второй абзац. Исключить слова: «емкостью 50 см³»;

(Продолжение см. с. 303)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4109—79)

третий абзац изложить в новой редакции: «10 см³ полученного раствора помещают в пробирку, прибавляют 2—3 капли раствора 2-водной сульфосалициловой кислоты, 0,1 см³ раствора йодистого калия и 0,5 см³ раствора крахмала, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива»;

четвертый абзац до слов «1 см³ бромной воды» изложить в новой редакции: «Одновременно готовят растворы сравнения следующим образом: в конические колбы помещают 0,005 мг йода, прибавляют 20 см³ воды»; исключить слова: «вместимостью 50 см³»

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 1т-1, 3т-1, 3т-6, 3—5»;

третий абзац. Заменить слова: «не более 3500 г» на «не более 3,5 кг»;
последний абзац исключить;

(Продолжение см. с. 304)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4109—79)

дополнить абзацами: «Бутылки с бромом упаковывают в ящики по ГОСТ 18573—86 (тип 11—1, номер 9—1 или 4—1). В пространство между бутылками закладывают две поперечные и две продольные дощечки, засыпают вермикулитом или аналогичным уплотняющим материалом.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционных знаков: «Верх, не кантовать», «Осторожно, хрупкое!» и знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (основной — по черт. 8, дополнительные — по черт. 5 и 6а), с указанием класса опасности 8, подкласса 8.3, классификационного шифра 8321, серийного номера ООН 1744».

(ИУС № 1 1990 г.)