

Изменение № 3 ГОСТ 4107—78 Реактивы. Бария гидроокись 8-водная. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 24.12.91 № 2083

Дата введения 01.07.92

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 315,46»;

четвертый абзац исключить;

дополнить абзацами: «Требования настоящего стандарта являются обязательными.

Допускается изготовление 8-водной гидроокиси бария по ИСО 6353/3—87 (Р. 47) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1—82 (приложение 2)».

Пункт 1.2. Таблица Графа «Наименование показателя». Заменить слова: «Массовая доля калия, кальция и натрия» на «Массовая доля суммы калия, кальция и натрия»

Пункт 2а.1. Заменить слова и ссылку: «может вызывать» на «вызывает», ГОСТ 12.1.007—76 на ГОСТ 12.1.005—88.

Пункт 2а.2. до слов «а также» изложить в новой редакции: «При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты в соответствии с отраслевыми нормами».

Пункт 2а.3 дополнить абзацем: «В местах наибольшего пыления следует предусмотреть местные отсосы».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю железа, тяжелых металлов изготовитель определяет в каждой 10-й партии».

Пункт 3.1. Заменить значение: 290 на 130.

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86. При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими

(Продолжение см. с. 172)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4107—78)

характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.2.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Цилиндр 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770—74»;

девятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 5850—72 на ТУ 6—09—5360—87.

Пункт 3.2.3. Шестой 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 (после шестого): «Допускается абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ »;

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 0,2 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,3$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «Цилиндр 1—25—2 и 1—250—2 по ГОСТ 1770—74»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Серебро азотно-кислородное по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1,7 %».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 250 см³ воды и 20 см³ соляной кислоты. Стакан накрывают часовым или бесцветным стеклом, нагревают на водяной бане в течение 1 ч и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака)»;

четвертый абзац. Заменить значение: 1,25 на 1;

(Продолжение см. с. 173)

пятый абзац. Заменить значение: 2,50 на 2;

шестой абзац. Заменить значение: 12,50 на 10;

дополнить абзацем: «Допускается относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ для препарата квалификации «химически чистый», $\pm 25\%$ для препарата квалификации «чистый» для анализа, $\pm 5\%$ для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4.1. Третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25(5)—2 по ГОСТ 1770—74»;

восьмой абзац. Заменить слово: «помещают» на «помещают пипеткой»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1,7 %».

Пункт 3.4.2. Последний абзац. Заменить единицу физической величины: мл на см^3 .

Пункт 3.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 см^3 или 40 см^3) и растворяют в 39 см^3 воды, содержащей 4 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промывают горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом (способ 2), не прибавляя раствора азотной кислоты»;

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

четвертый абзац. Заменить значение: 0,02 на 0,020;

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

шестой абзац. Заменить слова: «массовую долю» на «массу».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 см^3)» на «в мерную колбу на 50 см^3 »;

седьмой абзац. Заменить слова: «содержание железа» на «массу железа».

Пункт 3.7. Наименование. Заменить слова: «калия, кальция и натрия» на «суммы калия, кальция и натрия».

Пункт 3.8.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770—74»;

последний абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 $\text{мг}/\text{см}^3$ ».

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

третий абзац. Заменить слова: «не более 3000 г» на VII.

Пункт 4.1а изложить в новой редакции: «4.1а. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционных знаков «Хрупкое. Осторожно» и «Верх» и нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1, черт. 6б, классификационный шифр 6163), серийный номер ООН 1564».

Стандарт дополнить приложениями:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Обязательное

ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа.

Часть 3. Технические условия. Вторая серия».

Р.47. Октагидрат гидроокиси бария $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

Относительная молекулярная масса: 315,48

Р.47.1. Технические требования

Массовая доля октагидрата гидроокиси бария $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$,

%, не менее 98,0

(Продолжение см. с. 174)

| | |
|---|-------|
| Массовая доля веществ, нерастворимых в соляной кислоте, %, не более | 0,005 |
| Массовая доля карбонатов (BaCO_3), %, не более | 2,0 |
| Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более | 0,001 |
| Массовая доля сульфидов (S), %, не более | 0,001 |
| Массовая доля кальция, (Ca), %, не более | 0,05 |
| Массовая доля железа (Fe), %, не более | 0,001 |
| Массовая доля свинца (Pb), %, не более | 0,001 |
| Массовая доля стронция (Sr), %, не более | 1,5 |

Р.47.2. Проведение испытаний

Р.47.2.1. Определение массовой доли октагидрата гидроокиси бария

Около 6 г продукта взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в 100 см³ воды, не содержащей двуокиси углерода, и титруют раствором соляной кислоты концентрации точно $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³ по фенолфталеину.

Раствор используют для определения карбонатов.

1,00 см³ раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 1,000$ моль/дм³ соответствует 0,1577 г $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$.

Р.47.2.2. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в соляной кислоте

20 г продукта растворяют в смеси, состоящей из 15 см³ соляной кислоты и 400 см³ воды, разбавляют до 500 см³ водой и отфильтровывают через стеклянный пористый фильтр ПОР 40. Остаток промывают водой и высушивают до постоянной массы при 105 °С.

Масса остатка не должна превышать 1 мг.

Р.47.2.3. Определение массовой доли карбонатов

К раствору продукта для анализа по Р.47.2.1 добавляют 2,0 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³, кипятят, охлаждают и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации точно $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³.

Объем титранта должен быть не меньше 0,75 см³ (0,75 см³ = 2,0 % BaCO_3).

Р.47.2.4. Определение массовой доли хлоридов

Растворяют 1 г продукта в смеси, состоящей из 2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, и 48 см³ воды. Кипятят в течение 1 мин, охлаждают и анализируют по ОМ 2*.

Контрольный раствор готовят, используя 1 см³ хлоридного раствора сравнения II (1 см³ = 0,001 % Cl).

Хлоридный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.47.2.5. Определение массовой доли сульфидов

Растворяют 1 г продукта в смеси, состоящей из 4 см³ воды и 5 см³ уксусной кислоты. Добавляют 0,5 см³ основного ацетата свинца, который готовят следующим образом: 5 г ацетата свинца (II) 3-водного и 15 г гидроокиси натрия растворяют в 80 см³ воды и объем доводят до 100 см³. Сравнивают потемнение окрасок анализируемого раствора и сульфидного раствора сравнения II, аналогично обработанного раствором основного ацетата свинца.

Сульфидный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 7,49 г $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.47.2.6. Определение массовых долей кальция, железа, свинца и стронция

Определение проводят по ОМ 29*, учитывая следующие условия, приведенные в таблице.

(Продолжение см. с. 175)

| Элемент | Концентрация раствора | Пламя | Резонансные линии, нм |
|---------|--|-----------------|-----------------------|
| Ca | 0,5 % Растворяют в 3 г образца в 150 см ³ воды и применяют методику экстрагирования растворителя по ОМ 35* | Воздух-ацетилен | 422,7 |
| Sr | | | 460,7 |
| Fe | | | 248,3 |
| Pb | | | 217,0 или 283,3 |

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Обязательное

ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа

Часть 1. Общие методы испытаний»

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2*)

Указанный объем испытуемого раствора подкисляют 1 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 см³ раствора нитрата серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

Через 2 мин сравнивают опалесценцию анализируемого раствора с опалесценцией контрольного раствора.

5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29*)

5.29.1. Общие указания

Испытуемый образец или его раствор всасывается 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 излучения, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии

(Продолжение см. с. 176)

возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. Проведение испытания

Сущность метода, многообразие приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют 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 подкисленные азотной или соляной кислотой.

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

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

5.35. Определение металлов путем экстракции растворителями с последующей атомно-абсорбционной спектроскопией (ОМ 35*)

Готовят 150 см³ испытуемого раствора, добавляют соответствующие количества уксусной кислоты или раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % для доведения pH до 5. Полученный раствор разделяют на три равные части, которые помещают в три делительные воронки. В две из них добавляют стандартные растворы определяемых металлов: в первую — в количестве, эквивалентном предполагаемому предельному содержанию металла в испытуемом растворе, во вторую — двойное предельное количество. Содержимое каждой из трех делительных воронок обрабатывают следующим образом: добавляют 1 см³ раствора пирролидиндитиоата аммония с массовой долей 1 %, перемешивают, добавляют 10 см³ 4-метил-пентан-2-она и встряхивают 30 с. После разделения фаз водный слой отбрасывают. Органический слой переносят в мерную колбу вместимостью 10 см³ и доводят до метки этанолом с объемной долей 95 %. Полученные экстракты анализируют в соответствии с ОМ 29*».

(ИУС № 4 1992 г.)