

Изменение № 1 ГОСТ 3117—78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.05.88 № 1555

Дата введения 01.12.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3421 0140 00.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив».

Пункт 1.2. Заменить слово: «нормам» на «значениям»;

таблица. Головку изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Значение		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 3421 0143 08	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3421 0142 09	Чистый (ч.) ОКП 26 3421 0141 10

графа «Наименование показателя». Пункт 11 изложить в новой редакции: «11. pH раствора препарата с массовой долей 5 %».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Определение массовых долей нитратов, сульфатов, фосфатов и тяжелых металлов изготовитель проводит в каждой 20-й партии».

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

При взвешивании 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».

Пункты 3.2.1, 3.2.2 изложить в новой редакции:

«3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—22(34) ТХС по ГОСТ 25336—82.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Термометр ТЛ-2 1—Б 2 по ГОСТ 215—73.

Цилиндр 1(3)—50(100) или мензурка 100 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы концентрации $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ (1 н.) и $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

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

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Формалин технический по ГОСТ 1625—75, раствор, разбавленный 1:1, нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

3.2.2. Проведение анализа

2,0000 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 40 см³ воды. К раствору прибавляют 25 см³ раствора формалина и тщательно перемешивают. Затем прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина, подогревают раствор до 40—45 °С (после каждого измерения температуры термометр обмы-

(Продолжение см. с. 222)

вают небольшим объемом воды) и медленно титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 1 моль/дм³ до появления розовой окраски раствора».

Пункт 3.2.3. Эспликацию к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,07708 — масса уксуснокислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г»;

последний абзац изложить в 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 3.3.1 изложить в новой редакции:

3.3.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель фильтрующий типа ТФ класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50 или мензурка 100 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 50 см³ горячей воды, затем фильтруют через фильтрующий тигель предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 50 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 40 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац до слова «нагревают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 27184—86 из навески 40,00 г в платиновом тигле (ГОСТ 6563—75). Содержимое тигля».

Пункт 3.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.2—74. Для этого, 2,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82), растворяют в 10 см³ воды, отмеряя воду цилиндром 1—25 (ГОСТ 1770—74), и далее определение проводят методом с применением индигокармина».

Пункт 3.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. Для этого 2,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82) (с меткой на 25 см³) и растворяют в 15 см³ воды, отмеряя воду цилиндром 1—25 (ГОСТ 1770—74). К раствору прибавляют 2—3 капли спиртового раствора 2,4-динитрофенола с массовой долей 0,1 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77), нейтрализуют раствором соляной кислоты и прибавляют 0,5 см³ избытка раствора соляной кислоты»;

седьмой абзац исключить;

восьмой абзац. Заменить слово: «количествами» на «объемами».

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. Для этого 5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82) (с меткой на 15 см³), прибавляют пипеткой 6(7)—2—5 (ГОСТ 20292—74) 5 см³ воды, тщательно перемешивают, нейтрализуют раствором азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) с массовой долей 50 % в присутствии 1—2 капель раствора 2,4-динитрофенола с массовой долей 0,1 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и доводят объем раствора до 15 см³».

Далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса;

последний абзац. Заменить слово: «количествами» на «объемами».

Пункт 3.8. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. Для этого 2,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—100—22 (ГОСТ 25336—82), растворяют в 14 см³ воды, прибавляя воду цилиндром 1—25 (ГОСТ 1770—74), при необходимости фильтруют, далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом в объеме 20 см³, прибавляя 5 см³ раствора азотной кислоты (вместо 1 см³)»;

пятый абзац. Заменить слова: «1 мл раствора азотной кислоты» на «5 см³ раствора азотной кислоты»;

последний абзац. Заменить слова: «количествами» на «объемами».

Пункт 3.9. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«Определение проводят по ГОСТ 10555—75. Для этого в тигель, содержащий остаток после прокаливании, полученный по п. 3.4, помещают пипеткой 5 см³ раствора соляной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения. Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу 2—100—2 (ГОСТ 1770—74), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор 1.

12,5 см³ раствора 1 (соответствуют 5 г препарата) для препарата квалификации «химически чистый» или 10 см³ раствора 1 (соответствуют 4 г препарата) для препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» и 10 см³ воды помещают пипетками в мерную колбу 2—50—2 и далее определение проводят сульфосалициловым методом»;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,004 на 0,005.

Пункт 3.10. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. Для этого 10,00 препарата квалификации «химически чистый» или 5,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» помещают в колбу или пробирку с притертыми или резиновыми пробками и растворяют в 30 см³ воды».

Пункты 3.11.1, 3.11.2 изложить в новой редакции:

«3.11.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 6—2—2(1)—0,01 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—100—18 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ (0,05 н.).

3.11.2. Проведение анализа

(Продолжение см. с. 224)

10 см³ воды помещают в коническую колбу и прибавляют из бюретки раствор марганцовокислого калия до появления розовой окраски.

Через 5 мин в раствор вносят 1,00 г препарата, перемешивают. Если исчезает окраска, дотитровывают раствором марганцовокислого калия до бледно-розовой окраски, устойчивой в течение 5 мин.

Пункт 3.11.3. Экспликацию к формуле, последний абзац изложить в новой редакции: «где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0004 — масса кислорода, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,05 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,001 %;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,002$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.12 изложить в новой редакции: «3.12. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82) и растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87). После полного растворения навески измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с допускаемой основной погрешностью $\pm 0,05$ pH.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,1 единицы pH.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ единицы pH при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9»;

дополнить абзацем: «На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 9, подкласс 9.2, классификационный шифр 9213)».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. Гарантии изготовителя

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие уксуснокислого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления».

Пункт 6.3. Исключить слово: «механической».

(ИУС № 8 1988 г.)