Группа Л59

Изменение № 2 ГОСТ 10554—74 Реактивы. Определение содержания примеси меди колориметрическими методами

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.02.87 № 206

Дата введения 01.07.87

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания»; «admixture».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2609.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на $см^3$.

Вводная часть. Заменить слово: «содержания» на «примеси».

Пункт 1.1*а* изложить в новой редакции: «1.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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

Допускается применение импортной лабораторной посуды и реактивов по качеству не ниже отечественных аналогов».

Пункт 1.1. Первый абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

второй абзац. Заменить слова: «содержание меди должно быть в количествах» на «масса меди должна быть»;

третий абзац дополнить словами: «при этом в растворах сравнения для построения градуировочного графика масса меди: 0,0010; 0,0025; 0,0050; 0,0100 и 0,0200 мг»;

четвертый абзац дополнить словами: «при этом в растворах сравнения для построения градуировочного графика масса меди: 0,002; 0,005; 0,010; 0,020; и 0,030 мг».

(Продолжение см. с. 146)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10554—74)

Пункт 1.2. Заменить слова: «содержания» на «массовой доли»; «с погрешностью не более 0,01 г» на «и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака».

Пункт 1.4 изложить в новой редакции: «1.4. Раствор, содержащий 1мг/см^3 меди, готовят по ГОСТ 4212—76».

Пункт 1.9. Заменить слово: «содержание» на «массовую долю»;

формула. Экспликацию изложить в новой редакции:

«m — масса меди, найденная по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса навески препарата, г».

Пункт 2.1. Заменить слова: «в желто-коричневый цвет» на «желтовато-коричневый цвет»; исключить слова: «в кислой среде».

Пункт 2.1.1 изложить в новой редакции:

«2.1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 по ГОСТ 12083—78 или прибор с такой же погрешностью (1 %), имеющий светофильтр с максимумом поглощения (440±10) нм.

Воронка ВД-1 (3)—1000 ХС по ГОСТ 25336—82.

Воронка ВД-1 (3)—50(100) ХС по ГОСТ 25336—82.

Колба Кн-2—100—22 по ГОСТ 25336—82.

Колба 1—50—2 и 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 6(7)—2—5—(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Пробирки П-2—20—14/23 ХС по ГОСТ 1770—74.

Цилиндр 2—100 по ГОСТ 1770—74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей аммиака 5%.

Бумага индикаторная универсальная.

Вата медицинская гигроскопичная по ГОСТ 5556—81.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор с массовой долей N, N-диэтилдитиокарбамата натрия 0,4 %, свежеприготовленный.

(Продолжение см. с. 147)

Свинца N, N-диэтилдитиокарбамат, раствор с массовой долей; N, N-диэтилдитиокарбамата свинца 0,025%, готовят следующим образом: 50 см³ раствора N, N-диэтилдитиокарбамата натрия и 1 г 4-водного виннокислого калия-натрия помещают в воронку ВД-1 (3)-1000, прибавляют 50 см³ раствора уксуснокислого свинца и нейтрализуют раствором аммиака по феноловому красному. В раствор с образовавшимся осадком приливают 500 см³ хлороформа и встряхивают. При этом осадок растворяется. Хлороформенный раствор дважды промывают, встряхивая его с порциями воды по 100 см³ каждая, затем фильтруют через ватный тампон в сухую колбу 2—1000—2, доводят объем раствора хлороформом до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла (с притертой пробкой). Раствор устойчив в течение месяца.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845—79.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации $c(^1/_2\ H_2SO_4) =$ 1 моль/дм³ (1 н.).

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, раствор с массовой долей уксуснокислого свинца 0,4%.

Феноловый красный (фенолсульфофталеин) индикатор, водно-спиртовой раствор с массовой долей 0,1%, готовят по ГОСТ 4919.1—77,

Хлороформ медицинский».

Пункт 2.1.2. Первый абзац. Исключить слова: «(с притертой пробкой) вместимостью 100 мл»;

второй абзац. Заменить слово: «количество» на «массу».

Пункт 2.1.3.1. Первый абзац. Заменить слова: «делительные воронки вместимостью 50—100 мл» на «воронки ВД-1 (3)—50(100) ХС»;

после слова «помещают» дополнить словами: «пипеткой 6(7)—2—25»;

заменить значение: 0,002 на 0,0025;

третий абзац. Заменить слова: «градуированную пробирку (с притертой пробкой) вместимостью 20 мл» на «пробирку»;

пятый абзац. Заменить слово: «меди в количестве» на «массы меди»;

последний абзац. Заменить слово: «количества» на «массы».

Пункт 2.1.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «делительную воронку вместимостью 50—100 мл» на «воронку ВД-1(3)—50(100)»; «градуированную пробирку (с притертой пробкой) вместимостью 20 мл» на «пробирку»;

последний абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу».

Пункт 2.1.3.3. Второй абзац исключить;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в табл. 1.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности анализа при доверительной вероятности $P=0{,}95$ представлены в табл. 1.

Таблица 1

Масса меди, мг	Допускаемое расхождение, %	Пределы допускаемой суммарной погрешности, %
0,0010	50	±30
0,0025	20	±10
0,0050	15	±10
0,0100	15	±10
0,0200	15	±10

Пункт 2.1а. Заменить слова: «в желто-коричневый» на «в желтовато-коричневый».

Пункт 2.1а.1 изложить в новой редакции:

«2.1а.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

(Продолжение см. с. 148)

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 по ГОСТ 12083—78 или прибор с такой же погрешностью (1 %), имеющий светофильтр с максимумом поглощения (440±±10) нм.

Воронка ВД-1(3)—50(100) ХС по ГОСТ 25336—82.

Колба 1—50(100)—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—100—22 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 6(7)—2—5(10), 4(5)—2—1 и 6(7)—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652—69, раствор с массовой долей лимонной кислоты 25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, раствор с массовой долей N, N-диэтилдитиокарбамата натрия 0,1 %, свежеприготовленный.

Натрий фосфорнокислый пиро по ГОСТ 342—77, раствор с массовой долей пирофосфорнокислого натрия 5 %.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (ди- Na-ЭДТА) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой долей ди-Na-ЭДТА 5 %.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79».

Пункт 2.1а.2. Первый абзац. Заменить слова и значение: «в делительные воронки вместимостью 100 мл помещают» на «в воронку помещают пипеткой 6(7)—2—20», 0,002 на 0,0025;

второй абзац. Заменить слова: «Объем каждого раствора доводят водой до 40 мл» на «Добавляют в каждый раствор пипеткой по 6 см^3 воды»;

последний абзац. Заменить слово: «количества» на «массы».

Пункт 2.1а.3. Первый абзац. Заменить слова: «в делительные воронки вместимостью 100 мл» на «в воронку», «доводят объем раствора водой до 40 мл» на «добавляют пипеткой 6 см^3 воды»;

последний абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.1*а* 3*а* (после п. 2 1*а*.3):

«2.1а.3а. Чувствительность метода — 0,0005 мг в 10 см^3 экстрагента.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в табл. 2.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности P=0,95 представлены в табл. 2.

Таблица 2

Масса меди, мг	Допускаемое расхождение, %	Пределы допускаемого значения суммарной погрешности, %
0.0010	50	±30
0.0025	20	±10
0.0050	15	±10
0.0100	15	±10
0.0200	15	±10

Пункт 2.2.1 изложить в новой редакции:

«2.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Продолжение см. с. 149)

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 по ГОСТ 12083—78 или прибор с такой же погрешностью (1 %), имеющий светофильтр с максимумом поглощения (590± ±10) нм.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 6(7)—2—5(10), 6(7)—2—20(25) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—50 и 2—100 по ГОСТ 1770—74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей аммиака 10%, готовят по ГОСТ 4517—75.

Аммоний лимоннокислый однозамещенный по ГОСТ 7234—79, раствор с массовой долей однозамещенного лимоннокислого аммония 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Купризон (бис-(циклогексанон)-оксалилдигидразон), водно-спиртовой раствор с массовой долей купризона 0,1 %; раствор готовят следующим образом: 0,100 г купризона помещают в мерную колбу, растворяют в 50 см³ горячего раствора этилового спирта, раствор охлаждают, доводят объем раствора до метки и перемешивают; раствор устойчив при хранении в течение месяца.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт, раствор с массовой долей этилового спирта 50 %».

Пункт 2.2.2. Первый абзац. Заменить слова: «в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл)» на «цилиндр 2-100»; «до метки» на «до 50 см³»;

второй абзац. Заменить слова: «количество миллиграммов меди, соответствующее» на «массу миллиграммов меди, соответствующую».

Пункт 2.2.3.1. Первый абзац. Исключить слова: «вместимостью 50 мл»; после слова «помещают» дополнить словом: «пипеткой»;

(Продолжение см. с. 150)

пятый абзац. Заменить слова: «меди в количествах» на «массы меди»;

шестой абзац. Заменить слово: «количества» на «массы».

Пункт 2.2.3.2. Первый абзац. Исключить слова: «вместимостью 50 мл или коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл)»;

последний абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу».

Пункт 2.2.3.3. Второй, третий абзацы исключить;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в табл. 3.

Пределы допускаемой относительной суммарной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ представлены в табл. 3.

Таблица 3

Масса меди, мг	Допускаемое расхождение, %	Пределы допускаемого значения суммарной погрешности, %
0,002	30	±20
0,005	30	±20
0,010	15	±10
0,020	15	±10
0,030	15	±10

(ИУС № 5 1987 г.)