

Изменение № 3 ГОСТ 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.09.91 № 1505

Дата введения 01.07.92

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 1437—78).

Пункт 1.1. Формула, Экспликация. Заменить слово: «молекулярная» на «относительная молекулярная».

Пункт 1.1а. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «При про-

(Продолжение см. с. 116)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10398—76)

ведении взвешиваний применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200 г или типов ВЛЭ-200 г и ВЛКТ-500г-М.

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

Пункт 1.2. Формула. Экспликация. Заменить слова: «атомная масса» на «относительная атомная масса», «молекулярная масса» на «относительная молекулярная масса».

Пункт 2.1 дополнить абзацем (после восьмого): «Тигли кварцевые по ГОСТ 19908—90»;

двадцать первый абзац. Заменить слова: «раствор концентрации c ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) $= 0,05$ моль/дм³; готовят следующим образом: 38,28 г препарата»

(Продолжение см. с. 117)

на «раствор концентрации с $1/3$ ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) $= 0,05$ моль/дм³; готовят следующим образом: 12,82 г препарата»;

тридцатый абзац. Заменить слова: «растворы 1:1 с массовой» на «растворы 1:1, с массовой»;

тридцать третий абзац. Заменить формулу:

$(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ на $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$.

Пункт 2.2. Четырнадцатый абзац. Заменить слова: «ПАР [(2-пиридилазо)-резорцин]» на «ПАР[4-(2-пиридилазо)-резорцин]»;

дополнить абзацем: «Фталеиновый пурпуровый (фталеинкомплексон, крезол-фталексон), раствор с массовой долей 0,5 %».

Пункт 2.3. Первый абзац. Заменить слова: «растворяют в 300—250 см³ воды» на «растворяют в 250—300 см³ воды».

Пункт 3.1.2 дополнить абзацем (после четвертого): «Если переход окраски нечеткий (более двух капель раствора ди-На-ЭДТА) или недостаточно заметен, для анализа используют другую партию индикатора. Если после замены партии индикатора переход окраски нечеток, то используют для приготовления раствора ди-На-ЭДТА другую партию ди-На-ЭДТА»;

примечание дополнить абзацем: «В этом случае условия определения коэффициента поправки должны быть приведены в нормативно-технической документации на анализируемый продукт».

Пункт 4.1. Заменить слова: «соединения алюминия 40—43 мг» на «соединения алюминия, соответствующую 40—43 мг Al».

Пункт 4.9 дополнить абзацами:

«Титрование с кальцеином»

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см³ воды, прибавляют из бюретки 25 см³ раствора ди-На-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³, 6 см³ раствора гидроксида калия, 1 см³ раствора кальцеина и дотитровывают тем же раствором ди-На-ЭДТА до резкого снижения интенсивности желтовато-зеленой флуоресценции и установления постоянного остаточного свечения, наблюдаемого при освещении ультрафиолетовым светом или при дневном свете на черном фоне (розовая окраска со слабой зеленоватой флуоресценцией).

Титрование с метилтимоловым синим или мурексидом

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 5 см³ буферного раствора I, 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего или мурексида и титруют из бюретки раствором ди-На-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ до перехода синей окраски раствора в серую (при применении индикатора метилтимолового синего) или оранжевой окраски в сине-фиолетовую (при применении индикатора мурексида).

Навеску фосфата кальция, помещенную в коническую колбу, растворяют в 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, добавляют 100 см³ воды, прибавляют из бюретки рассчитанный объем раствора ди-На-ЭДТА, 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего, прибавляют при необходимости раствор аммиака с массовой долей 25 % до синей окраски, прибавляют 5 см³ буферного раствора I и дотитровывают тем же раствором ди-На-ЭДТА до перехода синей окраски раствора в серую».

Пункт 4.12 дополнить абзацами (после первого): «Раствор, содержащий навеску фосфата магния, титруют с эриохромом черным Т, сначала прибавляя из бюретки раствор ди-На-ЭДТА до начала перехода окраски раствора от красно-фиолетовой к синей, затем прибавляют буферный раствор I и дотитровывают тем же раствором ди-На-ЭДТА до перехода окраски раствора от красно-фиолетовой в синюю».

Допускается проводить титрование в присутствии индикатора метилтимолового синего. При этом навеску растворяют в 100 см³ воды, добавляют 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего и раствор аммиака с массовой долей 10 % до появления синей окраски раствора (рН около 8), нагревают до 60 °С и титруют из бюретки раствором ди-На-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ до изменения синей окраски раствора в серую».

(Продолжение см. с. 118)

Пункт 4.13 дополнить абзацем: «Допускается проводить титрование в присутствии индикатора эриохрома черного Т. При этом навеску растворяют в 50 см³ воды, добавляют 5 см³ раствора гидроксилamina гидрохлорида, 5 см³ буферного раствора I, прибавляют из бюретки по каплям при перемешивании 50 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ и нагревают раствор до 40 °С. Прибавляют 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и оттитровывают из бюретки избыток раствора ди-Na-ЭДТА раствором сернистого цинка концентрации 0,05 моль/дм³ до изменения синей окраски раствора в красно-фиолетовую».

Пункт 4.14. Второй абзац. Заменить слова: «до перехода желто-зеленой окраски раствора в фиолетовую» на «до перехода фиолетовой окраски раствора в желто-зеленую».

Пункт 4.19 дополнить абзацем: «Допускается проводить титрование в присутствии индикатора фталенинового пурпурового. При этом раствор, содержащий навеску соединения стронция, соответствующую 100—120 мг Sr, разбавляют водой до 100 см³, добавляют 100 см³ этилового спирта, 10 см³ раствора аммиака с массовой долей 25 % (до pH 10—11), 0,5 см³ раствора фталенинового пурпурового, перемешивают и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ до перехода фиолетовой окраски раствора в бледно-розовую или до обесцвечивания».

Пункт 4.22. Второй абзац дополнить словами: «Титрование рекомендуется проводить при охлаждении до 0 °С».

Пункт 5.1. Формула. Экспликация. Второй абзац. Исключить слова: «железа, меди или».

Приложение 2. Пункт 1. Заменить слова: «до 650 °C» на «до (650±50) °C».

Пункт 11 дополнить примечанием: «Примечание. Допускается проводить разложение азотной и серной кислотами. При этом навеску помещают в выпарительную чашку и растворяют при нагревании в 1 см³ смеси концентрированных азотной и соляной кислот (1:3) и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 16 % и продолжают нагревание до удаления паров. Затем растворяют остаток при нагревании на водяной бане в 10—15 см³ воды и раствор количественно переносят в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 100 см³, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге (проба на вынос) и далее проводят анализ в соответствии с п. 4.10 настоящего стандарта».

Пункт 12 после слова «стеклоуглеродный» дополнить словами: «или кварцевый».

Пункт 16. Заменить слова: «Окиси свинца» на «Окиси свинца (II)»;

дополнить примечанием: «Примечание. Допускается проводить разложение азотной кислотой. При этом навеску растворяют в 0,5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, объем раствора доводят водой до 100 см³ и далее проводят анализ в соответствии с п. 4.17 настоящего стандарта».

Приложение 2 дополнить пунктом — 16а (после п. 16): «16а. Окись свинца (IV). Навеску помещают в выпарительную чашку, смачивают несколькими каплями пероксида водорода, растворяют при нагревании в 0,5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 2—3 см³ воды, раствор выпаривают досуха. Остаток растворяют в воде, переносят количественно в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 100 см³ и перемешивают. Далее проводят анализ в соответствии с п. 4.17 настоящего стандарта».

(ИУС № 12 1991 г.).