

**Изменение № 1 ГОСТ 4143—78 Реактивы. Калий углекислый кислый. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.03.88 № 623**

**Дата введения 01.08.88**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2113 1220 00.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см<sup>3</sup>.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слова: «реактив —».

Пункт 1.2. Таблица 1. Наименования граф дополнить кодами: «Химически чистый» — ОКП 26 2113 1223 08; «Чистый для анализа» — ОКП 26 2113 1222 09; «Чистый — ОКП 26 2113 1221 10;

графа «Наименование показателя». Показатель 3. Исключить слова: «из нитратов, нитритов и др.».

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, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.2.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.2.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Бюретка 1(2)—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

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

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Кислота серная по ГОСТ 4204—77, концентрированная и раствор концентрации  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ моль/дм}^3$  (1 н.) или кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ моль/дм}^3$  (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

третий абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 10816—64, 0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,1 %».

Пункт 3.2.2. Первый абзац до слова «раствором» изложить в новой редакции: «Около 2,0000 г препарата, предварительно высушенного над концентрированной серной кислотой до постоянной массы, помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и титруют из бюретки».

Пункт 3.2.3. Первый абзац перед словами «серной кислотой» дополнить словом: «концентрированной»;

экспликация к формуле. Заменить слова: «точно 1 н. раствора соляной или серной кислоты» на «раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>» (2 раза);

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  $\pm 0,4 \%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.3.1. *Аппаратура и реактивы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац исключить.

(Продолжение см. с. 286)

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «30,00 г препарата помещают в стакан и растворяют, нагревая, в 250 см<sup>3</sup> воды»;

второй абзац. Исключить слово: «кипящей»; заменить слова: «фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г» на «тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункт 3.4. Наименование. Исключить слова: «из нитратов, нитритов и др.»;

второй абзац до слов «растворяют в воде» изложить в новой редакции: «При этом 4,00 г препарата помещают в круглодонную колбу (Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82)».

Пункт 3.5. Первый абзац до слова «затем» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.1—74. При этом 0,50 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563—75) и растворяют в 10 см<sup>3</sup> воды. К раствору прибавляют 1—2 капли *n*-нитрофенола, нейтрализуют раствором серной кислоты с массовой долей 20 % до обесцвечивания раствора, прибавляя ее по каплям, перемешивая платиновым шпателем (ГОСТ 6563—75)».

Пункт 3.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 см<sup>3</sup> (с меткой на 25 см<sup>3</sup>), растворяют в 10 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и, тщательно перемешивая, медленно нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 10 % до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 5 мин. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Далее определение проводят фототурбидиметрическим методом»;

шестой абзац. Заменить слова: «(способ 3)» на «(в объеме 50 см<sup>3</sup>)».

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (с меткой на 15 см<sup>3</sup>), смачивают 8 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и осторожно, по каплям, прибавляют раствор азотной кислоты до растворения препарата и обесцвечивания раствора».

Пункт 3.8. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды, осторожно, перемешивая, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим методом (в объеме 50 см<sup>3</sup>) или визуально-нефелометрическим методом (в объеме 40 см<sup>3</sup>), не прибавляя раствора азотной кислоты».

Пункт 3.9.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82».

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

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

третий абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 9859—74, 0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,1 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 3760—64, 10 %-ный раствор» на «по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 10 %»;

шестой абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %».

(Продолжение см. с. 287)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4148—78)

Пункт 3.9.2. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «2,00 г препарата помещают в коническую колбу».

Пункт 3.10. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 3,00 г препарата»; седьмой абзац. Заменить слово: «количестве» на «объеме».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.11а—3.11а.4 (перед п. 3.11):

3.11а. Определение массовой доли кальция и магния в пересчете на магний атомно-абсорбционным методом

3.11а.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр типа «Сатурн» или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Лампы с полым катодом на Mg и Ca.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная.

Магний сернистый 7-водный по ГОСТ 4523—77.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Калий углекислый кислый по настоящему стандарту с известным содержанием определяемых примесей, учитываемых при построении градуировочного графика.

Растворы, содержащие 1 мг/см<sup>3</sup> Mg и Ca; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> Mg и Ca (раствор А).

3.11а.2. Подготовка к анализу

3.11а.2.1. Приготовление анализируемого раствора

5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.11а.2.2. Приготовление растворов сравнения

В шесть мерных колб помещают по 5,00 г препарата, растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды и вводят объемы раствора А, указанные в табл. 1а.

Объемы растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1а

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см <sup>3</sup>	Масса примеси в 100 см <sup>3</sup> раствора сравнения, мг		Массовая доля примеси кальция и магния в пересчете на магний и препарат, %
		Mg	Ca	
1	—	—	—	—
2	1,0	0,1	0,1	3,2·10 <sup>-3</sup>
3	1,5	0,15	0,15	4,8·10 <sup>-3</sup>
4	5,0	0,5	0,5	1,6·10 <sup>-2</sup>
5	10	1,0	1,0	3,2·10 <sup>-2</sup>
6	20	2,0	2,0	6,4·10 <sup>-2</sup>

3.11а.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в ацетиленовом пламени, используя аналитические линии Ca — 422,7 нм и Mg — 285,2 нм.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее

(Продолжение см. с. 288)

арифметическое атомного поглощения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения.

После каждого измерения распыляют воду.

#### 3.11а.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значение атомного поглощения на оси ординат, массовые доли кальция или магния в пересчете на магний и препарат в процентах — на оси абсцисс.

Массовые доли кальция или магния в пересчете на магний в препарате в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 10\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Пункт 3.11.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

дополнить абзацами (перед первым): «Бюретка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—34 по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац. Заменить слова: «10%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «1-[1-окси-2-нафтилазо]-6-нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты натриевая соль, индикатор, эрихром черный Т), индикаторная смесь; готовят по ГОСТ 10398—76»;

пятый абзац. Заменить слова: «с рН 9,5—10» на 1;

шестой абзац исключить;

восьмой абзац. Заменить единицу: мг/мл на мг/см<sup>3</sup>;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—75, раствор концентрации точно  $c(\text{ди-На-ЭДТА})=0,05$  моль/дм<sup>3</sup> (0,05 М); готовят по ГОСТ 10398—76; соответствующим разбавлением водой получают раствор концентрации точно  $c(\text{ди-На-ЭДТА})=0,01$  моль/дм<sup>3</sup> (0,01 М)».

Пункт 3.11.2. Первый абзац до слов «Раствор нагревают» изложить в новой редакции: «2,50 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 90 см<sup>3</sup> воды и нейтрализуют по лакмусовой бумажке из пипетки раствором соляной кислоты (около 9 см<sup>3</sup>). Объем соляной кислоты записывают»; заменить слова: «из микробюретки 0,01 М раствором трилона Б» на «из бюретки раствором ди-На-ЭДТА концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>»;

второй абзац. Заменить слово: «количества» на «объемы».

Пункт 3.11.3. Экспликация к формуле. Заменить слова: «точно 0,01 М раствора трилона Б» на «раствора ди-На-ЭДТА концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>» (3 раза);

второй абзац. Заменить значение: 10 г на 10,00 г;

третий абзац. Заменить слово: «количестве» на «объеме»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,0005 %»;

дополнить абзацем: «При разногласиях в оценке массовой доли кальция и магния в пересчете на магний анализ проводят атомно-абсорбционным методом».

Пункт 3.12.1. Наименование. Заменить слово: «Приборы» на «Аппаратура»; первый абзац дополнить словами: «с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками»;

(Продолжение см. с. 289)

второй абзац исключить;

дополнить абзацами (после четвертого): «Колба 2—100—2 и 2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Пилетка 6(7)—2—14(2) по ГОСТ 20292—74.

Стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов»;

десятый абзац. Заменить единицу: мг/мл на мг/см<sup>3</sup>.

Пункт 3.12.2.1 до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «0,50 г препарата помещают в стакан».

Пункт 3.12.2.2. Заменить слово: «количества» на «объемы»;

таблица 4. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения натрия в виде добавок, мг/100 мг» на «Масса натрия в 100 см<sup>3</sup> раствора сравнения, мг».

Пункт 3.12.3. Второй абзац. Заменить слова: «возрастания содержания» на «возрастания массовых долей», «максимального содержания» на «максимальных массовых долей».

*(Продолжение см. с. 290)*

Пункт 3.12.4. Второй абзац после слов «в препарате» дополнить словами: «в процентах»;

третий абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.13. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 5,00 г препарата»;

шестой абзац. Заменить слово: «количестве» на «объеме».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие кислотоуглекислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления».

(ИУС № 6 1988 г.)