

---

**Изменение № 1 ГОСТ 5820—78 Реактивы. Калий уксуснокислый. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.11.87 № 4245**

**Дата введения 01.05.88**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3421 0690 08,

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

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

дополнить абзацем: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества».

*(Продолжение см. с. 194)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 5820—78)*

Пункт 1.2. Заменить слово: «нормам» на «значениям»;  
таблица. Головку изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Значение	
	Высшая категория качества	Высшая категория качества
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3421 0692 06	Чистый (ч) ОКП 26 3421 0691 07

*(Продолжение см. с. 195)*

графа «Наименование показателя». Пункты 3, 4 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля кислот (в пересчете на уксусную кислоту ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )), %, не более; 4. Массовая доля щелочи (в пересчете на гидроокись калия ( $\text{KOH}$ )), %, не более»;

графа «Значение». Пункт 7. Заменить значение: 0,002 на 0,001;

заменить слова: «п. 3.14» на «п. 3.13»;

таблицу дополнить примечанием: «Примечание. В препарате, применяемом в производстве кремнеорганических полимеров, дополнительно нормируется массовая доля общего азота (N) не более 0,005 %».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1):

«3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

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

Пункт 3.1. Заменить значение: 180 на 515.

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17444—76. 0,2500 г препарата, предварительно высушенного в соответствии с п. 3.14, растворяют в 25 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и прибавляют пипеткой (ГОСТ 20292—74) 1 см<sup>3</sup> уксусного ангидрида. Далее определение проводят по ГОСТ 17444—76 визуальным или потенциометрическим титрованием в неводной среде»;

второй абзац. Заменить слова: «1 мл точно 0,1 н. раствора хлорной кислоты» на «1 см<sup>3</sup> уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции:

«3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

Тигель фильтрующий ТФ ПОР16 или ПОР10 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—250 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2. Первый абзац до слова «Остаток» изложить в новой редакции: «20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункты 3.4, 3.4.1, 3.4.2 изложить в новой редакции:

«3.4. Определение массовых долей кислот или щелочи

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 6—2—2 по ГОСТ 20292—74.

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

Цилиндр 1(2)—50 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая  $\text{CO}_2$ ; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup> (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

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

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

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

3.4.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды и прибавляют 3 капли раствора фенолфталеина. Если при этом раствор остается бесцветным, то прибавляют по каплям из бюретки раствор гидроокиси натрия до появления розовой окраски. Если же раствор окрашен в розовый цвет, то при-

(Продолжение см. с. 196)

бавляют по каплям из бюретки раствор соляной кислоты до исчезновения розовой окраски».

Пункт 3.4.3. Первый абзац. Заменить слова: «Кислотность ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) или щелочность ( $\text{KOH}$ )» на «Массовую долю кислот ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) или щелочи ( $\text{KOH}$ )»;

формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,01 н. раствора соляной кислоты или 0,1 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора соляной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup> или раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>» (2 раза);

последний абзац после слов «определений» изложить в новой редакции: «относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допустимого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ».

Пункт 3.5. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата»; после слов «20 мл воды» дополнить ссылкой: «по ГОСТ 6709—72».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата»; «Объем раствора доводят водой до 15 см<sup>3</sup>» на «Полученный раствор выпаривают досуха. Осадок растворяют в 15 см<sup>3</sup> горячей воды, охлаждают».

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и 1,00 г препарата квалификации «чистый» помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (с метками на 42 см<sup>3</sup> или 50 см<sup>3</sup>), растворяют в 35 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 4 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до кипения. Раствор охлаждают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Объем раствора доводят водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см<sup>3</sup>) или визуально-нефелометрическим методом (в объеме 42 см<sup>3</sup>), не прибавляя раствор азотной кислоты»;

третий абзац. Заменить значение: 0,02 на 0,01.

Пункт 3.8. Первый абзац до слов «Далее определение» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336—82) и растворяют в 15 см<sup>3</sup> воды. К раствору прибавляют 4 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (ГОСТ 3118—77) и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают и нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) по универсальной индикаторной бумаге до pH 3—3,5»;

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

Пункты 3.9.1, 3.9.2 изложить в новой редакции:

«3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичные чувствительность и точность.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Стакан В(Н)-1—100 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

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

Раствор, содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> кальция; готовят по ГОСТ 4212—76.

Калий уксуснокислый по ГОСТ 5820—78 с установленной начальной массовой долей кальция по методу добавок.

(Продолжение см. с. 197)

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

### 3.9.2. Подготовка к анализу

#### 3.9.2.1. Приготовление анализируемого раствора

5,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 30 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

#### 3.9.2.2. Приготовление растворов сравнения

В три стакана помещают по 5,00 г уксуснокислого калия, не содержащего кальция или с известным его содержанием, растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды, переносят в три мерные колбы и вводят указанные в табл. 2 объемы раствора кальция. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см <sup>3</sup>	Масса кальция в 100 см <sup>3</sup> раствора сравнения, мг	Массовая доля кальция в пересчете на препарат, %
1	0,1	0,1	0,002
2	0,2	0,2	0,004
3	0,3	0,3	0,006

### 3.9.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата, сравнивают интенсивность излучения резонансных линий кальция — 422,6 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен-воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли кальция. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли кальция, учитывая в качестве поправки данные, полученные при фотометрировании воды, и вычисляют среднее арифметическое интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

### 3.9.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, на оси абсцисс — массовую долю кальция в процентах в пересчете на препарат.

Массовую долю кальция в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которы-

(Продолжение см. с. 198)

ми не превышает значение допускаемого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Пункт 3.10 дополнить словами: «Определение проводят по ГОСТ 22001—76».

Пункты 3.10.1, 3.10.2 исключить.

Пункт 3.11. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата»; «арсиновым методом (способ 2)» на «методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислей среде»;

второй абзац. Заменить слово: «бумажки» на «бумаги».

Пункт 3.12. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 4,00 г помещают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336—82) с притертой или резиновой пробкой и растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды. Далее определение проводят сероводородным методом».

Пункт 3.13.1 изложить в новой редакции:

«3.13.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Пипетка 4(5)—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации  $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$  (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч., раствор с массовой долей 20 %».

Пункт 3.13.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 25 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и раствор марганцовокислого калия концентрации точно  $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ »;

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

Пункт 3.14 дополнить словами: «проводят по ГОСТ 14870—77 из навески 1,5000 г при температуре 150 °С».

Пункты 3.14.1, 3.14.2 исключить.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.15:

«3.15. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82) прибора для отделения аммиака дистилляцией и растворяют в 45 см<sup>3</sup> воды. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля общего азота не будет превышать 0,05 мг».

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

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

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

(ИУС № 2 1988 г.)