

Изменение № 1 ГОСТ 4331—78 Реактивы. Никеля окись черная. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.88 № 4022

Дата введения 01.06.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 1121 0761 03.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на черную окись никеля, представляющую собой порошок черного или серо-черного цвета, нерастворимую в воде, растворимую в минеральных кислотах».

Пункты 1.1, 1.2. Заменить слово: «Окись» на «Черная окись».

Пункт 1.2. Таблица. Графа «Наименование показателя». Показатель 3 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля общего азота (N), %, не более»; графа «Норма». Заменить значения для показателей: 1—72 на 77; 7—0,2 на 0,15.

Пункт 2.3. Исключить слово: «механической».

Пункт 2.4 исключить.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2: «3.2. Массовую долю сульфатов, хлоридов, кобальта и цинка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.1а (перед п. 4.1): «4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

Пункт 4.1. Заменить значение: 50 на 40.

Пункт 4.2. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«Определение проводят по ГОСТ 10398—76».

При этом около 0,1000 г тонкорастертого препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (с меткой на 100 см³), прибавляют 10 см³ воды, обмывая стенку колбы, прибавляют 2 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (ГОСТ 3118—77), накрывают колбу часовым стеклом нагревают на электроплитке до полного растворения препарата, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и далее определение проводят комплексонометрическим методом, используя в качестве индикатора 0,4 см³ водного раствора сульфасазена с массовой долей 0,2 % (с добавлением двух капель раствора аммиака с массовой долей 25 %) или 0,10 г индикаторной смеси мукексида.

Масса никеля, соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, равна 0,002935;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,35 % от среднего арифметического».

(Продолжение см. с. 176)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4331—78)

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 4.3.1. Второй абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9775—69 на ГОСТ 25336—82;

дополнить абзацами: «Стакан В(Н)-1—250 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата»; «с погрешностью не более 0,0002 г» на «(результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»; исключить слово: «кипящей».

Пункт 4.4. Наименование, первый и второй абзацы изложить в новой редакции:

«4.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74.

При этом 0,30 г препарата помещают в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82), прибавляют 5 см³ воды, 3 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, накрывают часовым стеклом и растворяют при слабом нагревании, охлаждают, доводят объем раствора водой до 50 см³ и далее определение проводят фотометрически или визуально-колориметрическим методом, прибавляя 8 см³ раствора гидроокиси натрия (вместо 10 см³)».

Пункт 4.5. Первый абзац. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «1,00 г препарата»;

второй абзац. Заменить слова: «20 %-ного раствора гидроокиси натрия» на «раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 %»;

третий абзац после слов «прибавляют 3 мл» изложить в новой редакции: «раствора гидрохлорида гидроксилamina с массовой долей 10 % (готовят по ГОСТ 4517—87), 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и при перемешивании раствор соляной кислоты с массовой долей 25 % до обесцвечивания раствора (около 2 см³) и далее заканчивают определение визуально-нефелометрическим методом в объеме 50 см³»;

четвертый абзац после слов «натрия, 3 мл» изложить в новой редакции: «раствора гидрохлорида гидроксилamina с массовой долей 10 %, 3 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 % (нейтрализованного по *n*-нитрофенолу раствором соляной кислоты с массовой долей 25 %), 1 см³ раствора соляной кислоты и 3 см³ раствора хлористого бария»;

пятый абзац после слова «образом:» изложить в новой редакции: «18,50 г гидроокиси натрия (ГОСТ 4328—77) помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336—82) вместимостью 250 см³, растворяют в 150 см³ дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72) и при перемешивании прибавляют 7 см³ брома (ГОСТ 4109—79)».

Пункт 4.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³ и 50 см³), прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, нагревают на электро-

(Продолжение см. с. 177)

плитке с обратным холодильником (ГОСТ 25336—82) до полного растворения препарата. Раствор охлаждают, холодильник смывают 10—15 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуаль-но-нефелометрическим (в объеме 40 см³) методом;

третий абзац перед словом «окиси» дополнить словом: «черной»; заменить слова: «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «2,00 г препарата»; «25%-ного раствора азотной кислоты» на «раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %» и «1%-ным раствором азотной кислоты» на «раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %»;

последний абзац дополнить словами «(в объеме 50 см³)».

Пункт 4.7.1 дополнить абзацем (после четвертого): «Допускается применение других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками»; шестой абзац. Заменить слова: «марки ОС.Ч 7—3» на «ос. ч.»;

седьмой—одиннадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Железо (III) оксид.

Кобальта (II) оксид, ч.

Магний оксид ос. ч. 11—1.

Меди (II) оксид по ГОСТ 16539—79»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «марки ОС. Ч.13—2» на «ос. ч. 10—2»; восемнадцатый—двадцать первый абзацы изложить в новой редакции:

«Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79»;

двадцать третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

двадцать пятый абзац. Заменить слово: «сернистоокислого» на «7-водного сульфита»;

двадцать шестой абзац. Исключить слово: «безводного»;

двадцать седьмой абзац после значения 500 г дополнить словом: «5-водного».

Пункт 4.7.2.1. Заменить слова: «0,25 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,001 г» на «0,250 г препарата».

Пункт 4.7.2.2. Первый абзац. Исключить слова: «взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г»;

второй абзац. Заменить слова: «марки ОС. Ч.13—2» на «ос. ч. 10—2».

Пункт 4.7.4. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.8.1. Первый абзац. Заменить единицу: мкг/мл на мкг/см³;

дополнить абзацами (после второго): «Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74. 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(100) по ГОСТ 1770—74»;

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

шестой абзац. Заменить слова: «марки ОС. Ч. 13—2» на «ос. ч. 10—2»;

восьмой абзац. Заменить единицу: мг/мл на мг/см³ (2 раза).

Пункт 4.8.2.1. Заменить слова: «0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,001 г» на «0,500 г препарата»;

исключить слова: «вместимостью 100 мл», «вместимостью 50 мл».

Пункт 4.8.2.2. Заменить слова: «0,5 г черной окиси никеля взвешивают с погрешностью не более 0,001 г» на «0,500 г черной окиси никеля ос. ч. 10—2»; исключить слова: «вместимостью 100 мл», «вместимостью 50 мл»;

таблица 3. Головка. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения Zn в виде добавок, мг/50 мл» на «Масса Zn в 50 см³ раствора сравнения, мг».

Пункт 4.8.4. Первый, второй абзацы после слова «цинка» дополнить словами: «в процентах»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %»;

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

Пункт 4.9.1. Первый абзац дополнить словами: «с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками»;

второй абзац исключить;

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

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

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

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74»;

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

восьмой абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

девятый абзац. Заменить единицу: мг/мл на мг/см³;

десятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4055—70 на «6-водный по ГОСТ 4055—78».

Пункт 4.9.2.1 до слова «прибавляют» изложить в новой редакции: «1,00 г препарата помещают в коническую колбу»; исключить слова: «вместимостью 100 мл».

Пункт 4.9.2.2. Заменить значение: 3,47 г на «3,810 г 6-водного»; исключить слова: «взвешивают с погрешностью не более 0,001 г», «вместимостью 100 см³»;

таблица 4. Головка. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения в виде добавок, мг/100 мл» на «Масса добавок в 100 см³ раствора сравнения, мг».

Пункт 4.9.4. Второй, третий абзацы после слова «примеси» дополнить словами: «в процентах»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %»;

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

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1 и 11—1»;

третий абзац дополнить значениями: VI и VII.

Пункты 6.1, 6.2 изложить в новой редакции: «6.1. Изготовитель гарантирует соответствие черной окиси никеля требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления».

(ИУС № 3 1989 г.)