

Изменение № 3 ГОСТ 4209—77 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

Дата введения 1995—07—01

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 203,30»; дополнить абзацем: «Допускается изготовление 6-водного хлористого магния по приложению 1 и проведение анализов по приложению 2».

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.1. Заменить значение: 360 на 380.

Пункт 3.2. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10398—76 сразу же после вскрытия банки».

При этом около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76».

Масса 6-водного хлористого магния, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно с (ди-На-ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,05 М), составляет 0,01017 г»;

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Третий абзац. Заменить обозначение: 1(3)—100 на 1(3)—100—2».

Пункт 3.3.2 дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.5. Заменить слово: «кислоты» на «кислот».

Пункт 3.5.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Бюретка вместимостью 1 см³ и ценой деления 0,01 см³»;

третий абзац. Заменить обозначение: 1(3)—50 на 1(3)—50—2;

шестой, седьмой абзацы. Заменить слово: «концентрации» на «молярной концентрации»; дополнить словами: «готовят по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 3.6. Второй абзац. Заменить слова: «0,50 г препарата помещают в

(Продолжение см. с. 24)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 4209—77)

круглодонную колбу К-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «0,50 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для определения аммиака дистиляцией»;

шестой абзац. Заменить слово: «азота» на «общего азота».

Пункт 3.7. Второй абзац. Заменить слова: «в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «в коническую колбу вместимостью 50 см³».

Пункт 3.8. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 15 см³ воды и далее определение проводят по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса фотометрически»;

шестой абзац. Заменить слово: «заканчивать» на «проводить»;

седьмой абзац. Заменить слово: «заканчивают» на «проводят».

Пункт 3.9.1. Первый абзац. Заменить обозначение: Кн-2—50—18 ТХС на Кн-2—50—18(22) ТХС;

второй абзац изложить в новой редакции: «Пипетки вместимостью 1 и 10 см³»;

третий абзац. Заменить обозначение: 1(3)—50 на 1(3)—50—2;

шестой абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³ Ва»;

седьмой абзац. Заменить слова: «в колбу Кн-2—100—22 ТХС (с меткой на 60 см³)» на «в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 60 см³)».

Пункт 3.9.2. Первый абзац. Заменить слова: «в колбу Кн-2—50—22 ТХС» на «в коническую колбу вместимостью 50 см³».

Пункт 3.10. Второй абзац. Заменить слова: «мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74)» на «мерную колбу вместимостью 50 см³»;

седьмой абзац. Заменить слово: «заканчивается» на «заканчивают».

Пункт 3.11.1. Пятый абзац изложить в новой редакции: «Пипетки вместимостью 5 и 10 см³»;

шестой абзац. Заменить слово: «вторично» на «дважды».

Пункт 3.11.2.2. Исключить слово: «каждая» (2 раза).

Пункт 3.11.3. Заменить слова: «содержания» на «массовых долей»; «максимального содержания» на «максимальных массовых долей».

Пункт 3.13. Первый абзац дополнить словами: «Масса навески препарата составляет 1,50 г»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги при взаимодействии с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги при взаимодействии с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме».

Пункт 3.14. Второй абзац. Заменить слова: «в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «в коническую колбу вместимостью 50 см³».

(Продолжение см. с. 25)

Пункт 4.1. Заменить значение: 3000 г на 3 кг.

Пункт 6.3. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией».

Пункт 6.4. Заменить слово: «меры» на «правила».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353—2—83 Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия. Первая серия

Р 16. Магний хлористый 6-водный $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.
Относительная молекулярная масса 203,31

Р 16.1. Технические требования

Массовая доля 6-водного хлористого магния ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), %, не менее	98,0
pH раствора препарата с массовой долей 5 %	5,0—6,5
Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,002
Массовая доля бария (Ba), %, не более	0,005
Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,01
Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005
Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля калия (K), %, не более	0,005
Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,005

Р 16.2. Приготовление анализируемого раствора
40 г препарата растворяют в 100 см³ воды и разбавляют до 200 см³ (раствор должен быть чистым и бесцветным).

Р 16.3. Методы анализа

Р 16.3.1. Определение массовой доли 6-водного хлористого магния

Около 0,8000 г препарата растворяют в 100 см³ воды.

К полученному раствору добавляют 1 г хлористого аммония, 1 см³ раствора аммиака, 0,04 г эриохрома черного Т (смесь) и титруют раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты концентрации с 1/2 (ди-Na-ЭДТА) = 0,2 моль/дм³ до голубой окраски.

1,00 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации с 1/2 (ди-Na-ЭДТА) = 0,2 моль/дм³ соответствует 0,02033 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

Смесь готовят следующим образом: 1 г эриохрома черного Т растирают со 100 г хлористого натрия в мелкий порошок.

Р 16.3.2. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

Определение проводят в соответствии с ОМ 31.1*, используя стеклянный индикаторный электрод.

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353—1—82.

Р 16.3.3. Определение массовой доли фосфатов

К 50 см³ анализируемого раствора (Р 16.2) прибавляют 30 см³ воды и анализируют в соответствии с ОМ 4*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см³ фосфатного раствора сравнения II (5 см³ = 0,0005 % PO₄).

Фосфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,43 г KN₂PO₄ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р 16.3.4. Определение массовой доли сульфатов

20 см³ анализируемого раствора (Р 16.2) анализируют в соответствии с ОМ 3*.

Готовят контрольный раствор, используя 8 см³ сульфатного раствора сравнения II (8 см³ = 0,002 % SO₄).

Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г K₂SO₄ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р 16.3.5. Определение массовой доли общего азота

5 см³ анализируемого раствора (Р 16.2) разбавляют водой до 140 см³ и анализируют в соответствии с ОМ 6*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см³ азотсодержащего раствора сравнения II (2 см³ = 0,002 % N).

Азотсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 6,07 г NaNO₃ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р 16.3.6. Определение массовой доли кальция, меди, железа и свинца

Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектроскопии в соответствии с ОМ 29* при условиях, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	5	Воздух-ацетилен	422,7
Cu	10		324,7
Fe	Используют экстракционный растворитель в ОМ 35*		248,3
Pb			217,0 или
			283,3

Р 16.3.7. Определение массовой доли бария, калия и натрия

Определение проводят методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30* при условиях, указанных в табл. 2.

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353—1—82.

Таблица 2

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ba	1	Кислород-ацетилен	553,6
K	1		766,5
Na	0,5		589,0

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353—1—82 Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний (ОМ)

5. Общие методы анализа (ОМ)

5.3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

Готовят затравочный раствор, смешивая 0,25 см³ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в растворе этанола с объемной долей 30 % и 1 см³ раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25 %. Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем анализируемого раствора (Р 16.3.4), предварительно подкисленный 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %.

Смесь отстаивают в течение 5 мин и сравнивают ее помутнение с помутнением смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.4. Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

К указанному объему анализируемого раствора (Р 16.3.3) добавляют 5 см³ раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %. рН раствора доводят до 1,8 и нагревают до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 см³ диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибдено-фосфатный комплекс 0,2 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в соляной кислоте. Сравнивают интенсивность синей окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему анализируемого раствора (Р 16.3.5), разбавленному при необходимости до 140 см³, в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Дебарда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см³ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 %, 2 см³ реактива Несслера и разбавляют до 100 см³.

Сравнивают интенсивность желтой окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

(Продолжение см. с. 28)

5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

5.29.1. Общие указания

Испытуемый образец или его раствор распыляют в высокотемпературное пламя, создаваемое смесью горючего газа и газа-окислителя, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник излучения, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. Методика анализа

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности.

Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляют для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) растворов испытуемого образца, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация приводятся в описаниях, относящихся к определенному реактиву.

5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

5.30.1. Общие указания

Метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом смесью горючего газа и газа-окислителя. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью фотометрической системы либо с монохроматором, либо с фильтрами.

Примечание. Могут быть использованы отличные от указанных в описаниях смеси газов для пламени, при этом может возникнуть необходимость изменить рекомендованные в этих же описаниях концентрации растворов.

5.30.2. Методика анализа

Методика анализа сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реактива.

5.31.1. Определение pH (ОМ 31.1)

5.31.1.1. Общие положения

Рассмотрим гальванический элемент: электрод сравнения-насыщенный раствор KCl -раствор R/pH_2 . Для буферных растворов R_1 и R_2 с известными значениями pH, соответственно pH_{R_1} и pH_{R_2} , измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно E_1 и E_2 .

(Продолжение см. с. 29)

Если раствор R в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным рН, то по разности измеренных значений потенциалов можно рассчитать рН исследуемого раствора.

Если все измерения проведены при одной и той же температуре и при неизменной концентрации раствора хлорида калия, рН исследуемого раствора может быть рассчитан по следующим формулам:

$$\frac{E_1 - E_{ис}}{S} + \text{pH}_{R_1};$$

$$\frac{E_2 - E_{ис}}{S} + \text{pH}_{R_2},$$

где $E_{ис}$ — электродвижущая сила гальванического элемента с исследуемым раствором;

S — угловой коэффициент:

$$S = \left(\frac{mV}{\text{pH}} \right) = \frac{E_1 - E_2}{\text{pH}_{R_1} - \text{pH}_{R_2}}.$$

5.31.1.2. Аппаратура

рН-метр со стеклянным электродом, соединенным с милливольтметром с большим сопротивлением и со шкалой, откалиброванной в единицах рН. Такой прибор, регистрируя разность потенциалов между рН-чувствительным электродом (стеклянным, сурьмяным) и электродом сравнения, соединенным электролитическим мостиком (например, насыщенный раствор КСl), дает возможность непосредственно считывать со шкалы значения рН.

5.31.1.3. Калибровка

рН-метр калибруют, используя буферные растворы с известной активностью ионов водорода, например:

- а) оксалатный буферный раствор;
- б) тартратный буферный раствор;
- в) фталатный буферный раствор;
- г) фосфатный буферный раствор;
- д) боратный буферный раствор;
- е) буферный раствор гидроксида кальция.

В табл. 3 приведены значения рН перечисленных буферных растворов в интервале температур 15—35 °С.

Таблица 3

Температура, °С	рН буферного раствора					
	а	б	в	г	д	е
15	1,67	—	4,00	6,90	9,27	12,81
20	1,68	—	4,00	6,88	9,22	12,63
25	1,68	3,56	4,01	6,86	9,18	12,45
30	1,69	3,55	4,01	6,85	9,14	12,30
35	1,69	3,55	4,02	6,84	9,10	12,14

5.31.1.4. Методика анализа

Готовят анализируемый раствор (кроме тех случаев, когда анализируют непосредственно сам реактив) заданной концентрации, применяя воду, свободную от диоксида углерода.

(Продолжение см. с. 30)

Одновременно готовят два буферных раствора, среднее значение рН которых примерно равно предполагаемому значению рН анализируемого раствора. Температуру всех трех растворов, а также ячейки прибора устанавливают равной $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$.

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед измерением буферным раствором. После промывания электрода водой и анализируемым раствором измеряют рН анализируемого раствора.

Для получения точных результатов необходимо повторять измерения с различными порциями анализируемого раствора без промывания электрода между последовательными измерениями до тех пор, пока рН не будет сохраняться постоянным не менее 1 мин.

5.35. Определение металлов путем экстракции с последующей атомно-абсорбционной спектроскопией (ОМ 35)

Готовят 150 см³ анализируемого раствора, добавляя соответствующий объем уксусной кислоты или раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % для доведения рН раствора до 5. Полученный раствор разделяют на три равные порции, которые помещают в три делительные воронки. В две из них добавляют контрольные растворы определяемых металлов, в первую — в количестве, эквивалентном предполагаемой предельной массе металла в анализируемом растворе, а во вторую — вдвое большем количестве. Содержимое каждой из трех делительных воронок обрабатывают следующим образом: добавляют 1 см³ раствора пирролидин-карбодитиоата аммония с массовой долей 1 %, перемешивают, добавляют 10 см³ 4-метилпентан-2-она и встряхивают 30 с. После разделения фаз водный слой отбрасывают. Органический слой переносят в мерную колбу на 10 см³ и разбавляют до метки этанолом с объемной долей 95 %. Полученные экстракты анализируют в соответствии с ОМ 29.

(ИУС № 2 1995 г.)