

**Изменение № 3 ГОСТ 4107—78 Реактивы. Бария гидроокись 8-водная. Технические условия**

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 24.12.91 № 2083

Дата введения 01.07.92

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 315,46»;

четвертый абзац исключить;

дополнить абзацами: «Требования настоящего стандарта являются обязательными.

Допускается изготовление 8-водной гидроокиси бария по ИСО 6353/3—87 (Р. 47) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1—82 (приложение 2)».

Пункт 1.2. Таблица Графа «Наименование показателя». Заменить слова: «Массовая доля калия, кальция и натрия» на «Массовая доля суммы калия, кальция и натрия»

Пункт 2а.1. Заменить слова и ссылку: «может вызывать» на «вызывает», ГОСТ 12.1.007—76 на ГОСТ 12.1.005—88.

Пункт 2а.2. до слов «а также» изложить в новой редакции: «При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты в соответствии с отраслевыми нормами».

Пункт 2а.3 дополнить абзацем: «В местах наибольшего пыления следует предусмотреть местные отсосы».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю железа, тяжелых металлов изготовитель определяет в каждой 10-й партии».

Пункт 3.1. Заменить значение: 290 на 130.

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-200 г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими

*(Продолжение см. с. 172)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 4107—78)*

характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.2.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Цилиндр 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770—74»;

девятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 5850—72 на ТУ 6—09—5360—87.

Пункт 3.2.3. Шестой абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %»;

дополнить абзацем (после шестого): «Допускается абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,5$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ »;

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  $\pm 0,3$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «Цилиндр 1—25—2 и 1—250—2 по ГОСТ 1770—74»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Серебро азотно-кислородное по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1,7 %».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 250 см<sup>3</sup> воды и 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Стакан накрывают часовым или бесцветным стеклом, нагревают на водяной бане в течение 1 ч и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака)»;

четвертый абзац. Заменить значение: 1,25 на 1;

*(Продолжение см. с. 173)*

пятый абзац. Заменить значение: 2,50 на 2;

шестой абзац. Заменить значение: 12,50 на 10;

дополнить абзацем: «Допускается относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 30\%$  для препарата квалификации «химически чистый»,  $\pm 25\%$  для препарата квалификации «чистый» для анализа,  $\pm 5\%$  для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.4.1. Третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25(5)—2 по ГОСТ 1770—74»;

восьмой абзац. Заменить слово: «помещают» на «помещают пипеткой»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Серебро азотно-кислородное по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1,7 %».

Пункт 3.4.2. Последний абзац. Заменить единицу физической величины: мл на см<sup>3</sup>.

Пункт 3.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (с меткой на 50 см<sup>3</sup> или 40 см<sup>3</sup>) и растворяют в 39 см<sup>3</sup> воды, содержащей 4 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промывают горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом (способ 2), не прибавляя раствора азотной кислоты»;

третий абзац. Заменить значение: 0,01 на 0,010;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,02 на 0,020;

пятый абзац. Заменить значение: 0,05 на 0,050;

шестой абзац. Заменить слова: «массовую долю» на «массу».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (с меткой на 50 см<sup>3</sup>)» на «в мерную колбу на 50 см<sup>3</sup>»;

седьмой абзац. Заменить слова: «содержание железа» на «массу железа».

Пункт 3.7. Наименование. Заменить слова: «калия, кальция и натрия» на «суммы калия, кальция и натрия».

Пункт 3.8.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770—74»;

последний абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup>».

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

третий абзац. Заменить слова: «не более 3000 г» на VII.

Пункт 4.1а изложить в новой редакции: «4.1а. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционных знаков «Хрупкое. Осторожно» и «Верх» и нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 6, подкласс 6.1; черт. 6б, классификационный шифр 6163), серийный номер ООН 1564».

Стандарт дополнить приложениями:

## «ПРИЛОЖЕНИЕ 1

### Обязательное

ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа.

Часть 3. Технические условия. Вторая серия».

Р.47. Октагидрат гидроокиси бария  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

Относительная молекулярная масса: 315,48

Р.47.1. Технические требования

Массовая доля октагидрата гидроокиси бария  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ,

%, не менее . . . . . 98,0

(Продолжение см. с. 174)

Массовая доля веществ, нерастворимых в соляной кислоте, %, не более	0,005
Массовая доля карбонатов ( $\text{BaCO}_3$ ), %, не более	2,0
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001
Массовая доля сульфидов (S), %, не более	0,001
Массовая доля кальция, (Ca), %, не более	0,05
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001
Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,001
Массовая доля стронция (Sr), %, не более	1,5

**Р.47.2. Проведение испытаний****Р.47.2.1. Определение массовой доли октагидрата гидроокиси бария**

Около 6 г продукта взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, не содержащей двуокиси углерода, и титруют раствором соляной кислоты концентрации точно  $c(\text{HCl}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> по фенолфталеину.

Раствор используют для определения карбонатов.

1,00 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl}) = 1,000$  моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,1577 г  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ .

**Р.47.2.2. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в соляной кислоте**

20 г продукта растворяют в смеси, состоящей из 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 400 см<sup>3</sup> воды, разбавляют до 500 см<sup>3</sup> водой и отфильтровывают через стеклянный пористый фильтр ПОР 40. Остаток промывают водой и высушивают до постоянной массы при 105 °С.

Масса остатка не должна превышать 1 мг.

**Р.47.2.3. Определение массовой доли карбонатов**

К раствору продукта для анализа по Р.47.2.1 добавляют 2,0 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации точно  $c(\text{HCl}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>, кипятят, охлаждают и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации точно  $c(\text{NaOH}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Объем титранта должен быть не меньше 0,75 см<sup>3</sup> (0,75 см<sup>3</sup> = 2,0 %  $\text{BaCO}_3$ ).

**Р.47.2.4. Определение массовой доли хлоридов**

Растворяют 1 г продукта в смеси, состоящей из 2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, и 48 см<sup>3</sup> воды. Кипятят в течение 1 мин, охлаждают и анализируют по ОМ 2\*.

Контрольный раствор готовят, используя 1 см<sup>3</sup> хлоридного раствора сравнения II (1 см<sup>3</sup> = 0,001 % Cl).

Хлоридный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р.47.2.5. Определение массовой доли сульфидов**

Растворяют 1 г продукта в смеси, состоящей из 4 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> уксусной кислоты. Добавляют 0,5 см<sup>3</sup> основного ацетата свинца, который готовят следующим образом: 5 г ацетата свинца (II) 3-водного и 15 г гидроокиси натрия растворяют в 80 см<sup>3</sup> воды и объем доводят до 100 см<sup>3</sup>. Сравнивают потемнение окрасок анализируемого раствора и сульфидного раствора сравнения II, аналогично обработанного раствором основного ацетата свинца.

Сульфидный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 7,49 г  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р.47.2.6. Определение массовых долей кальция, железа, свинца и стронция**

Определение проводят по ОМ 29\*, учитывая следующие условия, приведенные в таблице.

(Продолжение см. с. 175)

Элемент	Концентрация раствора	Пламя	Резонансные линии, нм
Ca	0,5 %  Растворяют в 3 г образца в 150 см <sup>3</sup> воды и применяют методику экстрагирования растворителя по ОМ 35*	Воздух-ацетилен	422,7
Sr			460,7
Fe			248,3
Pb			217,0 или 283,3

\* Общие методы испытаний (ОМ) по ИСО 6353/1—82.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

### Обязательное

#### ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа»

##### Часть 1. Общие методы испытаний»

##### 5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2\*)

Указанный объем испытуемого раствора подкисляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора нитрата серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

Через 2 мин сравнивают опалесценцию анализируемого раствора с опалесценцией контрольного раствора.

##### 5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29\*)

###### 5.29.1. Общие указания

Испытуемый образец или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, 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

(Продолжение см. с. 176)

возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

#### 5.29.2. Проведение испытания

Сущность метода, многообразие 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 обычно 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) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

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

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

Готовят 150 см<sup>3</sup> испытуемого раствора, добавляют соответствующие количества уксусной кислоты или раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % для доведения pH до 5. Полученный раствор разделяют на три равные части, которые помещают в три делительные воронки. В две из них добавляют стандартные растворы определяемых металлов: в первую — в количестве, эквивалентном предполагаемому предельному содержанию металла в испытуемом растворе, во вторую — двойное предельное количество. Содержимое каждой из трех делительных воронок обрабатывают следующим образом: добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора пирролидиндифталоата аммония с массовой долей 1 %, перемешивают, добавляют 10 см<sup>3</sup> 4-метил-пентан-2-она и встряхивают 30 с. После разделения фаз водный слой отбрасывают. Органический слой переносят в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> и доводят до метки этанолом с объемной долей 95 %. Полученные экстракты анализируют в соответствии с ОМ 29\*».

(ИУС № 4 1992 г.)