

**Изменение № 1 ГОСТ 4472—78 Реактивы. Хром (III) серноокислый 6-водный.
Технические условия**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.12.88 № 4318

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2214 0060 01.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

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

Пункт 1.2. Таблица 1. Головку изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч д а.) ОКП 26 2214 0062 10	Чистый (ч.) ОКП 26 2214 0061 00

графа «Наименование показателя». Пункт 9 изложить в новой редакции: «9. pH раствора препарата с массовой долей 5 %».

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—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса

(Продолжение см. с. 186)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4472—78)

точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

Пункт 3.2.1 изложить в новой редакции:

«3.2.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Бюретка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-1—500—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74».

(Продолжение см. с. 187)

Пункт 3.2.2 до слов «Раствор кипятят» изложить в новой редакции: «Около 0,2000 г препарата помещают в колбу (с меткой на 200 см³), прибавляют 50 см³ воды, 10 см³ гидроксида натрия и осторожно, при перемешивании, 1 см³ пероксида водорода»;

последний абзац после слов «серной кислоты» изложить в новой редакции: «и при необходимости в результате определения вносят соответствующую поправку».

Пункт 3.2.3. Формула. Экспликацию изложить в новой редакции:

«где V — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,008338 — масса 6-водного сернокислого хрома (III), соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г»;

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 0,3 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«Барий хлористый, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Пипетка 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Стакан В-1—500 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—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, прибавляют 200 см³ воды, 4 см³ раствора серной кислоты и растворяют при кипячении. Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают в течение 1 ч на водяной бане и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата квалификации ч. д. а. ± 30 %, квалификаций ч. — ± 20 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (с меткой на 100 см³), растворяют при нагревании в 95 см³ воды, к раствору осторожно прибавляют 5 см³ раствора аммиака (ГОСТ 3760—79) с массовой долей 10 %. Содержимое колбы кипятят (в присутствии кусочков неглазурованного фарфора) в течение 5 мин, затем охлаждают до комнатной температуры, доводят объем водой до метки, перемешивают и дают осадку осесть. Затем фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, отбрасывая первую порцию фильтрата.

25 см³ фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) и 15 см³ воды помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 40 и 50 см³) и далее определение проводят визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см³) или фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) методом, измеряя оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 100 мм».

Пункт 3.5.1 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 188)

«3.5.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 0,4 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20 %, не содержащий NH_4 ; готовят по ГОСТ 4517—87.

Раствор, содержащий NH_4 ; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией NH_4 —0,01 мг/см³.

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517—87.

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

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

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

Цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «0,40 г препарата помещают в круглодонную колбу и растворяют при нагревании в 40 см³ воды. Раствор охлаждают, прибавляют 10 см³ раствора гидроокиси натрия, перемешивают, помещают в колбу кусочки неглазурованного фарфора, быстро присоединяют колбу к прибору для отделения аммиака дистилляцией по ГОСТ 10671.4—74 и отгоняют 25 см³ раствора в цилиндр, содержащий 5 см³ воды и 5 см³ раствора соляной кислоты, прибавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ реактива Несслера, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают».

3.6.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.6.1. Приборы, реактивы, растворы и посуда»; дополнить абзацем (после пятого): «Секундомер по ГОСТ 5072—79»;

восьмой — двадцать восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147—80.

Весы торсионные ВТ-500 с ценой деления 1 мг или другие аналогичной точности.

Угли графитовые для спектрального анализа марки ос. ч 7—3, диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус, в нижнем высверлен цилиндрический канал диаметром 3 мм, глубиной 3 мм.

Графит порошок особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Хрома окись, полученная из 6-водного серноокислого хрома (III) или из двуххромовокислого аммония (основа). Массовую долю Al, Ca и Fe определяют методом «добавок» и учитывают при построении градуировочного графика.

Железо (III) оксид, марки ос. ч. 2—4.

Алюминий оксид для спектрального анализа, х. ч.

Кальций окись, марки ос. ч. 6—2.

А) Фотопластинки спектральные типа I светочувствительностью 1—2 ед. для Al и Ca и спектральные типа III светочувствительностью 5—10 ед. для Fe.

Аммоний двуххромовокислый по ГОСТ 3763—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидрохинон (парадиоксibenзол) по ГОСТ 19627—74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

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

Натрий сульфит 7-водный.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

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

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфата натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

(Продолжение см. с. 189)

раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

последний абзац изложить в новой редакции: «Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют».

Пункт 3.6.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «1,00 г препарата»;

второй абзац. Заменить слова: «графитовым порошком 1:2» на «порошковым графитом в соотношении 1:2».

Пункт 3.6.2.2. Второй абзац до слов «в ступке» изложить в новой редакции:

«1 образец с массовой долей примесей Fe — 0,64 %, Al — 0,32 %, Ca — 0,32 % готовится растиранием 0,0915 г оксида железа (III), 0,0605 г оксида алюминия, 0,0448 г окиси кальция, 9,8032 г окиси хрома»;

последний абзац. Заменить слова: «графитовым порошком» на «порошковым графитом».

Пункт 3.6.4. Предпоследний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P=0,95$;

последний абзац исключить.

Пункт 3.7. Первый абзац до слов «К сухому остатку прибавляют» изложить в новой редакции:

«1,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 50 см³ воды. Затем охлаждают, прибавляют 5 см³ раствора хлорида ртути (II) с массовой долей 1 % (сулемы) и насыщают раствор сероводородом (проба на полноту осаждения). Содержимое колбы фильтруют через маленький обеззоленный фильтр «белая лента». Фильтр промывают сероводородной водой, помещают в фарфоровый тигель и осторожно прокаливают при 400—500 °С до полного удаления сернистой ртути. К остатку приливают 1 см³ концентрированной азотной кислоты и 1 см³ концентрированной соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) и выпаривают на водяной бане досуха»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Допускается вместо раствора хлорида ртути (II) применять 5 см³ раствора 2-водной азотной кислоты (I) (ГОСТ 4521—78) с массовой долей 1 %, содержащей в 100 см³ раствора 2,5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, или 1-водной азотной кислоты (II) содержащей 0,5 см³ ледяной уксусной кислоты».

Пункт 3.8.1 изложить в новой редакции:

«3.8.1. Приборы, реактивы, растворы и посуда

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа СП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн». Допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичную чувствительность и точность.

Пропан-бутан (в баллоне).

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Растворы, содержащие Na и K; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,1 мг/см³ Na и K — раствор А.

Хром (III) сернокислый 6-водный с установленным методом добавок содержанием натрия и калия, раствор с массовой долей 10 % — раствор Б.

(Продолжение см. с. 190)

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

Колба мерная 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.8.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл» на «1,00 г препарата помещают в мерную колбу».

Пункт 3.8.2.2. Исключить слова: «вместимостью 100 мл каждая»; заменить слово: «количества» на «объемы»;

таблица 2. Головка. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения примесей в виде добавок, мг/100 мл» на «Масса каждого элемента (K, Na), введенного в 100 см³ раствора сравнения, мг».

Пункт 3.8.4. 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 допускаемое расхождение, равное 30 %».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 15 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункты 3.9, 4.1 изложить в новой редакции:

«3.9. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-1—250—24/29 ТХС (ГОСТ 25336—83) с меткой на 100 см³, растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4617—87), при нагревании, затем охлаждают, доводят объем раствора этой же водой до метки, перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ—74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ pH.

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2—4, 2—6, 2—7, 6—1, 11—6.

Группа фасовки: IV, V, VII.

Продукт, применяемый в качестве технологического сырья, расфасовывают в мешки-вкладыши из тонкой полимерной пленки, вкладываемые в металлические барабаны типов БТПБ-25 и БТПБ-50 массой нетто до 50 кг.

На тару наносится знак опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 8, подкласс 8.3, классификационный шифр 8373)».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. Гарантии изготовителя

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 6-водного сернокислого хрома (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — три года со дня изготовления».

Пункт 6.1. Первый абзац после слов «в пересчете на CrO₃» дополнить словами: «(первый класс опасности)»;

Пункт 6.3. Исключить слово: «механической».

(ИУС № 3 1989 г.)