

Изменение № 1 ГОСТ 22516—77 Реактивы. Олова двуокись. Технические условия
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.04.87 № 1315

Дата введения 01.01.88

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Олово (IV) оксид. Технические условия.

Reagents. Stannic (IV) oxide. Specifications».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 1121 0820 09.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, л на дм³.

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на реактив — оксид олова (IV), представляющий собой порошок белого цвета с желтоватым или сероватым оттенком, нерастворимый в воде, кислотах, щелочах»;

дополнить абзацем (после первого): «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества»;

третий абзац. Заменить значение: 150,59 на 150,69.

Пункт 1.1. Заменить слова: «Двуокись олова должна быть изготовлена» на «Оксид олова (IV) должен быть изготовлен».

Пункт 1.2. Заменить слова: «двуокись олова должна» на «оксид олова (IV) должен»;

таблица. Головку дополнить кодами:

для чистого для анализа (ч. д. а.) — ОКП 26 1121 0822 07;

для чистого (ч.) — ОКП 26 1121 0821 08;

графа «Наименование показателя». Пункт 1. Заменить слова: «двуокиси олова» на «оксида олова (IV)»;

пункты 9, 10 изложить в новой редакции: «9. Массовая доля щелочей (в пересчете на NaOH), %, не более»; «10. Массовая доля остатка на сите с сеткой № 028 К, %, не более»;

графа «Норма». Для пункта 7 заменить значение: 0,10 на 0,05.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед пунктом 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При выполнении операций взвешивания используют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80.

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

Пункт 3.2. Заменить слова: «двуокиси олова» на «оксида олова (IV)».

Пункт 3.2.1. Наименование пункта изложить в новой редакции: «3.2.1. Реактивы, растворы и посуда»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Дифениламин-4-сульфоуксиды натриевая соль (индикатор), раствор с массовой долей 0,85 %; готовят следующим образом: 0,85 г индикатора растворяют при нагревании в 100 см³ воды»;

(Продолжение см. с. 212)

третий абзац Заменить слова «0,1 н раствор» на «раствор концентрации $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н), готовят по ГОСТ 25794 3—83»,
четвертый абзац. Заменить ссылку. ГОСТ 4205—68 на ГОСТ 4205—77,
пятый абзац Заменить ссылку и слова «ГОСТ 3118—67, 25% ный раствор» на «ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %»,
шестой абзац Заменить ссылку ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80,
девятый абзац Заменить ссылку ГОСТ 12601—67 на ГОСТ 12601—76,
дополнить абзацами «Бюретка 1(2)—2—50—0,10 по ГОСТ 20292—74
Колба Кн-1—500—24/29 ТХС по ГОСТ 25336—82
Пипетки 6(7)—2—10(25) по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.2.2 Первый абзац до слов «закрывают колбу» изложить в новой редакции «Около 0,2000 г препарата помещают в коническую колбу прибора (см. черт. 1) вместимостью 500 см³, прибавляют 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и 2 г цинкового порошка, добавляемого небольшими порциями при постоянном осторожном перемешивании. поддерживая непрерывное выделение водорода. Добавляют еще 5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %»,

третий абзац Заменить слова: «дифениламиносульфоната натрия» на «натриевой соли дифениламин-4-сульфоуксусной кислоты»,

черт. 1 Заменить значение 26 на 29; исключить значения: 35; 170, Ø80

Пункт 3.2.3 Первый абзац Заменить слова: «двуокиси олова» на «оксида олова (IV)»;

формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора двухромово-кислого калия» на «раствора двухромово-кислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³» (2 раза); третий абзац изложить в новой редакции: «0,007535—масса оксида олова (IV), соответствующая 1 см³ раствора концентрации точно 0,1 моль/дм³, г»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа препарата принимают среднее арифметическое значение расхождения между тремя параллельными определениями, абсолютное значение расхождения которых не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,4 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ». За результат анализа препарата квалификации «чистый» принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,3 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции:

«3.3.1 Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная и раствор с массовой долей 25 %.

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

(Продолжение см. с. 213)

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

Чашка выпарительная 4 по ГОСТ 9147—80».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «10,00 г препарата»; исключить слова: «емкостью 300 мл»,

второй абзац до слова «прибавляют» изложить в новой редакции: «Осадок на фильтре промывают 10 см³ горячего раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %. Фильтрат помещают в фарфоровую чашку емкостью 150 см³, предварительно прокаленную до постоянной массы и взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 3.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «Около 5,00 г препарата помещают в фарфоровый тигель (ГОСТ 9147—80), предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный с точностью до четвертого десятичного знака, и прокаливают в муфельной печи при 800—950 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса потерь при прокаливании не будет превышать».

Пункт 3.5. Первый абзац. Заменить слова и ссылку: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата»; ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77;

третий абзац. Заменить слова: «массовая доля» на «масса»;

последний абзац. Исключить слова: «при применении прибора типа ФЭК-56».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова и ссылку: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу емкостью 200—300 мл» на «5,00 г препарата помещают в коническую колбу емкостью 250 см³»; ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77;

второй абзац. Заменить слова: «(способ 2)» на «(в объеме 50 см³)»;

третий абзац. Заменить слова: «массовая доля» на «масса»;

последний абзац. Исключить слова: «при применении прибора ФЭК-56».

Пункт 3.7.1 изложить в новой редакции:

«3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы торсионные типа ВТ с ценой деления 0,5 мг и предельной нагрузкой 250 мг.

Генератор дуги переменного тока ДГ-2.

Микрофотометр МФ-2, ИФО-451, ИФО-460 или аналогичного типа.

Спектрограф ИСП-22, ИСП-28, ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем; допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичную чувствительность и точность.

Спектропроектор ПС-18 или ДСП-1.

Ступка агатовая или плексигласовая,

Угли графитированные для спектрального анализа ос. ч. 7—3 (электроды угольные) диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус; канал нижнего электрода имеет глубину 4 мм и диаметр 4,5 мм. Перед проведением анализа электроды обжигают при силе тока 10 А в течение 20 с и проверяют на отсутствие в них примесей железа, свинца и меди по пп. 3.7.3 и 3.7.4. При этом в спектре не должно быть следующих линий: свинца — 283,31 нм; меди — 324,75 нм; железа — 302,06 нм.

Фотопластинки спектральные типа I, чувствительностью 5 относительных единиц

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Меди (II) окись по ГОСТ 16539—79.

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

Натрий сернистокислый 7-водный.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый 10-водный по 27068—86.

Олово по ГОСТ 860—75 марки ОВ. Ч. 000.

Свинца (II) окись по ГОСТ 9199—77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сернистоокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют (раствор А).

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 (раствор Б).

Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстросействующий; готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистоокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют».

Пункт 3.7.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления образцов сравнения используют спектрально-чистый или содержащий следы линий определяемых элементов оксид олова (IV), который получают окислением металлического олова концентрированной азотной кислотой с последующим прокаливанием при 1300 °С. Концентрацию оставшихся примесей определяют методом добавок и учитывают при определении примесей в препарате»;

второй абзац. Заменить слова: «1 % примесей» на «примеси с массовой долей 1 %»; «(двуокиси олова)» на «(оксида олова (IV))»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Последовательным разбавлением основного образца сравнения готовят образцы с массовыми долями определяемых элементов, равными 0,100; 0,030; 0,010; 0,003; 0,001 %».

Пункты 3.7.4, 3.7.5 изложить в новой редакции:

«3.7.4. Проведение анализа

После обжига электродов и некоторого их охлаждения в кратер нижнего электрода вносят 0,030 г оксида олова (IV). Так же поступают с образцами сравнения. Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной пластинке не менее трех раз, ставя каждый раз новую пару электродов. Щель открывают до зажигания дуги.

3.7.5. Обработка результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе. Затем, пользуясь логарифмической шкалой, проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых элементов и соседнего фона, нм:

Pb — 283,31;

Cu — 324,75;

Fe — 302,06.

Для каждой аналитической линии вычисляют разность почернений (ΔS):

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии и фона;

$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочного графика для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, а на оси ординат — разности почернений ($\Delta S'$).

(Продолжение см. с. 215)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22516—77)

Массовую долю каждой примеси в анализируемой пробе находят по графику. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное значение расхождения между наиболее отличающимися значениями которых при доверительной вероятности $P=0,95$ не превышает значения допускаемого расхождения, равного для примеси железа 10 %, для примесей свинца и меди — 20 %».

Пункт 3.8. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 0,100 г препарата, тщательно измельченного в фарфоровой ступке (ГОСТ 9147—80), помещают в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют 60 см³ воды и далее определение проводят методом с применением бромнортутной бумаги, в сернокислой среде, применяя удвоенные количества реактивов».

Пункт 3.9. Заменить слова: «содержания щелочности» на «массовой доли щелочей».

Пункт 3.9.1 изложить в новой редакции:

«3.9.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Бюретка 1(2)—2—2—0,01 по ГОСТ 20292—74.

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

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.9.2. Заменить слова: «Около 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «Около 1,00 г препарата»; «микробюретки» на «бюретки»; исключить значение: 300.

(Продолжение см. с. 216)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22516—77)

Пункт 3 9.3. Первый абзац. Заменить слово: «Щелочность» на «Массовую долю щелочей»;

формула. Экспликация. Заменить слова «точно 0,05 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации точно 0,05 моль/дм³», третий абзац изложить в новой редакции: «0,0020 — масса гидроокиси натрия, соответствующая 1 см³ раствора серной кислоты концентрации точно 0,05 моль/дм³, г»,

последний абзац. Заменить слова: «допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,004 %» на «абсолютное значение расхождение между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,004 % при доверительной вероятности $P=0,95$ »,

Пункт 3 10.1 изложить в новой редакции:

«3.10.1. *Аппаратура*

Сито с сеткой № 028 К по ГОСТ 3584—73,

Кисточка мягкая.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82».

Пункт 3.10.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «10,00 г препарата просеивают через сито, протирая скомкавшиеся частицы оксида олова (IV) мягким нажимом кисточки. Остаток на сите количественно переносят в стаканчик и взвешивают».

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

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции:

«5.1. Изготовитель гарантирует соответствие оксида олова (IV) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

Пункты 6.1, 6.3. Заменить слова: «двуокись олова» на «оксид олова (IV)».

(ИУС № 7 1987 г.)