

Изменение № 2 ГОСТ 16539—79 Реактивы. Меди (II) окись. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 18.12.89 № 3777

Дата введения 01.07.90

Наименование стандарта на русском языке изложить в новой редакции: **«Реактивы. Меди (II) оксид. Технические условия».**

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 26 1121 0000 04 на ОКП 26 1121 1440 02 и ОКП 26 1121 0630 02.

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: **«Настоящий стандарт распространяется на оксид меди (II), гранулированный и порошкообразный, который представляет собой твердые гранулы коричневатого-бурого или черно-бурого цвета размером 3—5 мм (гранулированный) или тонкий порошок черного цвета (порошкообразный); оксид меди нерастворим в воде, растворим в кислотах; порошкообразный оксид меди (II) мало растворим в растворах солей аммония»;**

исключить слова: **«Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для высшей категории качества».**

Пункт 1.1 до слов «в соответствии» изложить в новой редакции: **«1.1. Оксид меди (II) должен быть изготовлен».**

Пункт 1.2. Заменить слова «окись меди (II) должна» на **«оксид меди (II) должен»;**

таблица 1. Графа «Наименование показателя». Показатели 1, 4 изложить в новой редакции:

«1. Массовая доля оксида меди (II) (CuO), %;

4. Массовая доля общего азота (N), %, не более».

Пункт 2.1. Заменить слова: «Оксид меди (II) токсична» на **«Оксид меди (II) — токсичное вещество»**, дополнить словами **«По степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности (ГОСТ 12.1 007—76). Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны (по меди) — 0,5 мг/м³ (среднесменная) и 1 мг/м³ (максимально-разовая)».**

Пункт 2.2. Заменить слово: «окисью» на **«оксидом».**

Пункт 2.3. Исключить слово: **«механической».**

Пункты 3.2, 4.1а изложить в новой редакции: **«3.2. Массовые доли веществ, растворимых в воде, общего азота, серы, железа, органических примесей и суммы натрия, калия и кальция изготовитель определяет в каждой 50-й партии.**

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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

(Продолжение см. с. 290)

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

Пункт 4.1. Заменить значение: 250 г на 100 г.

Пункт 4.2. Заменить слова: «гранулированной окиси меди (II)» на «гранулированного оксида меди (II)».

Пункты 4.3, 4.3.3 (первый абзац). Заменить слово: «окиси» на «оксида».

Пункт 4.3.1. Наименование изложить в новой редакции и дополнить абзацами (перед первым).

«4.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

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

Пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

четвертый абзац. Заменить слова: «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %»; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

последний абзац. Заменить ссылку: «по СТ СЭВ 223—75» на «5-водный по ГОСТ 27068—86».

Пункт 4.3.2. Исключить слова: «емкостью 250 см³»; после слов «или воздушной бани» дополнить словами: «поддерживая постоянный объем добавлением воды»; перед словами «серниватистокислого натрия» дополнить словом: «5-водного».

Пункт 4.3.3. Первый абзац. Формула. Экспликацию перед словом «серниватистокислого» дополнить словом: «5-водного» (2 раза); заменить слово: «окиси» на «оксида»;

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 $\pm 0,6\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.4.1. Второй абзац. Исключить слово: «концентрированная»;

дополнить абзацами: «Пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50(100, 250) по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.4.2. Первый абзац. Исключить слова: «емкостью 250 см³», «концентрированной», «кипящей»; заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002» на «(результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака)»;

последний абзац исключить.

(Продолжение см. с. 291)

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.4.3:

«4.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимых в соляной кислоте веществ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с высушенным остатком, г;

m_2 — масса пустого тигля, г;

m_3 — масса навески препарата, г.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 45\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускается не вычислять массовую долю не растворимых в соляной кислоте веществ. В этом случае препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать 1 мг».

Пункт 4.5.1. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пипетка 4 (5)—2—2 по ГОСТ 20292—74.

Стакан В (Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Чашка выпарительная 3 по ГОСТ 9147—80»;

второй абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517—87».

Пункт 4.5.2. Первый абзац до слов «прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты» изложить в новой редакции: «10,00 г препарата помещают в стакан, прибавляют 50 см³ воды, накрывают стакан часовым стеклом и кипятят в течение 5 мин. Раствор охлаждают, фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячей водой. Фильтрат помещают в выпарительную чашку, предварительно прокаленную до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

последний абзац исключить.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.5.3: «4.5.3. Массовую долю растворимых в воде веществ (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100,$$

где m_1 — масса выпарительной чашки с прокаленным остатком, г;

m_2 — масса пустой выпарительной чашки, г;

m_3 — масса навески препарата, г.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускается не вычислять массовую долю растворимых в воде веществ. В этом случае реактив считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания не будет превышать 2 мг».

Пункт 4.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу, прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и растворяют при нагревании на водяной бане. После охлаждения к раствору прибавляют воду, 3 г сплава Дебарда, 20 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом. Допускается помещать препарат в колбу П-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82»;

второй, последний абзацы. Заменить слово: «азота» на «общего азота».

(Продолжение см. с. 292)

(Продолжение изменения к ГОСТ 16539—79)

Пункт 4.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «4.7. Определение массовой доли серы в пересчете на сульфаты проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 0,50 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³ (ГОСТ 25336—82), прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 1 см³ бромной воды (готовят по ГОСТ 4517—87), накрывают стакан часовым стеклом и растворяют при нагревании на электрической плитке. К раствору прибавляют 5 см³ воды, 1 г гидрохлорида гидроксиламина (ГОСТ 5456—79), нагревают до кипения, прибавляют 2 г гранулированного цинка и продолжают нагревание до полного обесцвечивания раствора при периодическом перемешивании. Затем прибавляют 5 см³ воды, перемешивают и фильтруют через фильтр из фильтровальной бумаги, промытый горячей водой. Остаток на фильтре и фильтр трижды промывают 5 см³ горячей воды, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 100 см³ (с меткой на 46 см³). Раствор охлаждают, прибавляют одну-две капли раствора α -динитрофенола с массовой долей 0,1 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) или *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и по каплям раствор гидроокиси натрия с массовой долей 10 % (готовят по ГОСТ 4517—87) до появления желтой окраски раствора. Затем объем раствора доводят водой до метки и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 3)»;

второй абзац. Заменить слова: «и 3 см³ 20 %-ного раствора хлористого бария» на «с массовой долей 25 % и 3 см³ раствора хлористого бария»;

третий абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу».

Пункт 4.8. Первый абзац после слов «вместимостью 100 см³» дополнить ссылкой: (ГОСТ 25336—82) (2 раза); заменить слова и значение: «плотный беззольный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента»; «1 %-ным раствором азотной кислоты» на «раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %», 42 см³ на 30 см³; после слова «нефелометрическим» дополнить словами: «(способ 2)»;

третий абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу»;

четвертый абзац после слов «(с меткой на 100 см³)» дополнить ссылкой: (ГОСТ 25336—82); заменить слова: «беззольный фильтр, промытый горячим 1 %-ным раствором азотной кислоты» на «обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %».

Пункт 4.9 дополнить пунктом — 4.9.1а (перед п. 4.9.1):

«4.9.1а. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный типа «Сатурн» или другой прибор с чувствительностью определения железа 2,5 дел·см³·мкг⁻¹.

Лампа спектральная с полым катодом ЛСП-Fe.

Фотоэлектронный умножитель ФЭУ-39А.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух для питания контрольно-измерительных приборов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч.

Меди (II) оксид, не содержащий определяемого элемента, или с минимальным его содержанием, определяемым методом добавок в условиях данной методики и учитываемом при приготовлении растворов сравнения.

Раствор массовой концентрации Fe 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации Fe 0,1 мг/см³».

Пункт 4.9.1.1 изложить в новой редакции (кроме наименования): «1,00 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см³ азотной кислоты, растворяют при нагревании, охлаждают. Раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают».

Пункт 4.9.1.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления каждого раствора сравнения 1,00 г оксида меди (II) помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см³ азотной кислоты, растворяют при нагревании и

(Продолжение см. с. 293)

охлаждают. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу и прибавляют массы железа, указанные в табл. 2 в виде растворов массовой концентрации 0,1 мг/см³. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают»;

таблица 2. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения Fe в виде добавок, мг/50 см³» на «Масса Fe в 50 см³ раствора сравнения, мг».

Пункт 4.9.2 изложить в новой редакции (кроме наименования): «Подготовку спектрофотометра «Сатурн» к проведению анализа ведут в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации».

Прибор считают подготовленным к проведению анализа, если при распылении в пламя раствора, содержащего 0,012 мг/см³ железа, поглощение его линии составит 30 %.

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитическую линию Fe — 248,3 нм.

После подготовки прибора проводят фотометрирование анализируемого раствора и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей определяемого элемента, распыляя после каждого измерения воду. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности. Каждый раствор фотометрируют по три раза».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.9.3:

«4.9.3. Обработка результатов»

Для определения массовой доли железа измеряют линейкой высоту пиков регистрограмм интенсивности поглощения и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности поглощения для каждого раствора.

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график для определения железа, откладывая на оси ординат значения поглощения (в процентах), на оси абсцисс — массовую долю железа в процентах в пересчете на препарат.

По полученному градуировочному графику находят массовую долю железа в препарате.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата измерения ± 10 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.10.1. Наименование дополнить словом: «посуда»;

второй абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»;

пятый, шестой абзацы. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Раствор массовой концентрации С 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации С 0,01 мг/см³»;

одиннадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 6755—73 на ГОСТ 6755—88;

четырнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Колба П-2—100—22 ТХС или колба Кн-2—100—22 ТХС (поглотительные колбы) по ГОСТ 25336—82»;

дополнить абзацами: «Пипетка 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.11.1 дополнить абзацами (после второго):

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

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 6(7)—2—10 и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74»;

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

девятый абзац изложить в новой редакции: «Растворы массовой концентрации Na, K и Ca 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбав-

(Продолжение см. с. 294)

(Продолжение изменения к ГОСТ 16539—79)

лением и смешиванием получают раствор массовой концентрации Na, K и Ca по 0,1 мг/см³ — раствор А»;

десятый абзац. Заменить слова: «Окись меди (II), не содержащая» на «Оксид меди (II), не содержащий».

Пункт 4.11.2.1. Исключить слова: «вместимостью 250 см³»; «вместимостью 100 см³».

Пункт 4.11.2.2. Заменить слова: «окиси меди, не содержащей» на «оксида меди (II), не содержащего»; исключить слова: «вместимостью 250 см³», «вместимостью 100 см³ каждая»;

таблица 3. Головку изложить в новой редакции; дополнить номером раствора — 4:

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см ³	Масса каждого элемента (Na, K, Ca) в 100 см ³ раствора сравнения, мг	Массовая доля в растворе сравнения каждого элемента (Na, K, Ca) в пересчете на препарат
4	20	2,0	0,10

для раствора сравнения № 3 заменить значение: 1 на 1,0.

Пункт 4.11.4. Первый абзац после слова «график» дополнить словами: «для каждого определяемого элемента»;

второй абзац. Заменить слова: «по графику» на «по соответствующему градуировочному графику»;

третий абзац исключить;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 20 %»;

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

Пункт 5.1. Второй абзац. Исключить слова: «На этикетке должна быть надпись «Токсичен»»;

дополнить абзацем: «Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153)».

Пункт 6.1. Заменить слово: «окиси» на «оксида».

(ИУС № 3 1990 г.)