

Изменение № 2 ГОСТ 5860—75 Реактивы. Кислота аминнокислотная. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.12.88 № 4187

Дата введения 01.07.89

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.1а (перед п. 1.1): «1.1а. Аминнокислотная кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке».

Пункт 1.1. Таблицу изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Значение		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 3911 0813 08	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3911 0812 09	Чистый (ч.) ОКП 26 3911 0311 10
1. Массовая доля аминнокислотной кислоты (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O <sub>2</sub> N), %, не менее	99,8	99,5	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,003	0,02
3. Массовая доля остатка после прокаливания, %, не более	0,01	0,02	0,05
4. Массовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, не более	0,002	0,005	0,02

(Продолжение см. с. 202)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5860—75)

Продолжение

Наименование показателя	Значение		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 3911 0813 08	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3911 0812 09	Чистый (ч.) ОКП 26 3911 0811 10
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,001	0,004
6. Массовая доля аммонийных солей (NH <sub>4</sub> ), %, не более	0,005	0,01	0,02
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,001	0,002
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,001	0,003
9. рН раствора препарата с массовой долей 5 %	6—7	6—7	Не нормируют

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю сульфатов, аммонийных солей, железа, тяжелых металлов, остатка после прокаливания и рН раствора препарата с массовой долей 5 % изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии».

Пункт 3.1а. Заменить ссылку: СТ СЭВ 804—77 на ГОСТ 27025—86;

дополнить абзацами: «При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим преде-

(Продолжение см. с. 203)

лом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

Пункт 3.1. Заменить значение: 150 г на 185 г.

Пункты 3.2, 3.3, 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Массовую долю аминокислоты определяют по ГОСТ 17444—76 методом титрования в неводной среде. При этом около 0,2000 г препарата помещают в коническую колбу, добавляют 25 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, вставляют в колбу обратный холодильник и растворяют препарат при нагревании на водяной (или песчаной) бане или электроплитке при перемешивании, не допуская кипения раствора. Раствор охлаждают и далее определение проводят по ГОСТ 17444—76.

Масса аминокислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, — 0,007507 г.

Примечание. Допускается устанавливать концентрацию уксуснокислого раствора хлорной кислоты по аминокислоте, дважды перекристаллизованной из этилового спирта (ГОСТ 18300—87) и высушенной до постоянной массы при 105—110 °С.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,4$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Аппаратура и реактивы

Стакан В(Н)-1—400(600) по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

Чашка ЧВК-1(2)—250(500) по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «33,00 г препарата квалификации химически чистый и чистый для анализа помещают в стакан, растворяют в 250 см<sup>3</sup> воды и 25,00 г препарата квалификации чистый растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, накрыв стакан часовым стеклом или чашкой, нагревают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно доведенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункт 3.3.3. Первый абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

второй абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %»; дополнить абзацем (после второго): «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 35$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ »;

пятый, шестой абзацы. Заменить значение: 0,75 мг на 1,00 мг;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.4 изложить в новой редакции: «3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания

Определение проводят по ГОСТ 27184—86 из навески 10,00 г препарата х. ч. или 5,00 г препарата ч. д. а. и ч., помещенной в фарфоровый, кварцевый (ГОСТ 19908—80) или платиновый (ГОСТ 6563—75) тигель, при температуре  $(500 \pm 10)$  °С.

Остаток после прокаливания сохраняют для определения тяжелых металлов по п. 3.9».

Пункт 3.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю сульфатов определяют по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,00 г препарата растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают (при необходимости раствор фильтруют). 25,0 см<sup>3</sup> раствора препарата квалификации химически чистый и чистый для анализа (соответствуют 0,5 г препарата) и 15,0 см<sup>3</sup> раствора препарата квалификации чистый (соответствует 0,3 г препарата) и 10,0 см<sup>3</sup> дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72) помещают пипеткой в коническую колбу или стакан и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1)»; последний абзац исключить.

Пункт 3.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю хлоридов определяют по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см<sup>3</sup>) и фототурбидиметрическим (в объеме 50 см<sup>3</sup>) методами. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336—82) с меткой на 40 см<sup>3</sup> или 50 см<sup>3</sup>, растворяют в 29 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, нагревают до кипения и кипятят в течение 30 мин, поддерживая объем раствора постоянным добавлением воды. Затем раствор охлаждают и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 без добавления азотной кислоты»;

пятый абзац. Заменить значение: 0,8 на 0,08;

последний абзац. Заменить слово: «содержание» на «массовой доли».

Пункт 3.7 изложить в новой редакции: «3.7. Определение массовой доли аммонийных солей».

Пункт 3.7.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «1,00 г препарата помещают в колбу прибора (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82) для отгонки аммиака, растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 15 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. Затем отгоняют 80 см<sup>3</sup> жидкости в цилиндр (2(4)—100 по ГОСТ 1770—74), содержащий 20 см<sup>3</sup> воды, и перемешивают»;

второй абзац. Заменить слова: «из бесцветного стекла с притертой пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup>» на «(2(4)—100 по ГОСТ 1770—74)»;

последний абзац. Заменить слово: «количества» на «объемы».

Пункт 3.8. Первый абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю железа определяют по ГОСТ 10555—75 роданидным методом с предварительным окислением железа надсернистым аммонием. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и далее определение проводят по ГОСТ 10555—75»;

второй абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

последний абзац. Заменить слово: «содержание» на «массовой доли».

Пункт 3.9. Первый абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю тяжелых металлов определяют по ГОСТ 17319—76 сероводородным методом. При этом к остатку после прокаливания, полученному по п. 3.4 (соответствуют 10,00 г для препарата х. ч. и 5,00 г для препарата ч. д. а. и ч.), прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, перемешивают и выпаривают на водяной бане досуха. Затем к остатку прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения остатка. Раствор количественно переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336—82). Если раствор мутный или в нем находятся нерастворимые частицы, то его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (ГОСТ 1770—74). Раствор нейтрализуют раствором аммиака по лакмусовой бумаге (проба на вынос), доводят объем водой до метки и перемешивают. 20 см<sup>3</sup> приготовленного раствора помещают в колбу или пробирку с притертой или резиновой пробкой и далее определение проводят по ГОСТ 17319—76»;

пятый абзац после слова «0,03 мг Рb» изложить в новой редакции: «2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, раствор аммиака в таком же объеме, как и в анали-

зируемом растворе, 1 см<sup>3</sup> уксуснокислого аммония, 1 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и 10 см<sup>3</sup> сероводородной воды».

Пункт 3.10 изложить в новой редакции: «3.10. Определение рН раствора препарата с массовой долей 5%

5,00 г препарата взвешивают в стаканчике для взвешивания (ГОСТ 25336—82), помещают в стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336—82), растворяют в 95 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87) и измеряют рН раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности  $\pm 0,5$  рН. Объем воды измеряют цилиндром вместимостью 100 см<sup>3</sup> (ГОСТ 1770—74)».

Пункт 4.1. Второй абзац дополнить обозначениями: 6—1 и 11—1; последний абзац дополнить обозначением: VII;

*(Продолжение см. с. 206)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 5860—75)*

дополнить абзацем: «На транспортную тару наносят манипуляционные знаки по ГОСТ 14192—77 «Осторожно, хрупкое!» для стеклянной тары и знаки опасности (класс 9, подкласс 9.2, классификационный шифр 9213) — по ГОСТ 19433—81».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие аминокислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

Пункт 6.1 дополнить словами: «Предельно допустимая концентрация продукта в воздухе рабочей зоны 5 мг/см<sup>3</sup> (3-й класс опасности)».

(ИУС № 3 1989 г.)