

Изменение № 2 ГОСТ 2062—77 Реактивы. Кислота бромистоводородная. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.11.87 № 4168

Дата введения 01.05.88

Вводная часть. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества».

Пункт 1.2. Таблица. Графа «Чистый для анализа (ч.д.а.)». Для пункта 6 заменить норму: 0,02 на 0,015.

Пункты 3.1а, 3.2.1 изложить в новой редакции:

«3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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

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

3.2.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Метилловый красный (индикатор); раствор с массовой долей индикатора 0,2 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

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

Колба Кн-1—250—24/29 ТХС по ГОСТ 25336—82».

Пункт 3.2.2. Первый абзац. Исключить слова: «емкостью 250—300 см³»;

(Продолжение см. с. 174)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2062—77)

заменить слова: «взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г» на «взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака»; «с той же погрешностью» на «с той же точностью».

второй абзац. Заменить слова: «1 н. раствором гидроокиси натрия» на «раствором гидроокиси натрия концентрации 1 моль/дм³ (1 н.)».

Пункт 3.2.3. Формула. Экспликация. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,08091 — масса бромистоводородной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, г»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,1 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции: «3.3. Определение массовой доли остатка после прокаливании в виде сульфатов проводят по ГОСТ 27184—86.

При этом к 36 см³ (50 г) препарата прибавляют 1 каплю химически чистой серной кислоты (ГОСТ 4204—77) и выпаривают досуха на электрической плитке, покрытой слоем асбеста, не допуская разбрызгивания».

Пункт 3.4.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.4.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*»;

второй абзац. Заменить слова: «0,25 %-ный спиртовой раствор» на «(индикатор); спиртовой раствор с массовой долей индикатора 0,25 %»;

третий абзац. Заменить слова: «0,01 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,01 %»;

последний абзац. Заменить слова: «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %»;

(Продолжение см. с. 175)

дополнить абзацами:

«Воронка ВД-1 (2, 3)—250 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Спектрофотометр СФ-16, концентрационный фотоэлектрический колориметр КФК-2 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками».

Пункт 3.4.2. Второй абзац. Исключить слова: «вместимостью 150 см³ каждая»;

третий абзац. Заменить слова: «на спектрофотометре при длине волны 610—640 нм по отношению к толуолу» на «по отношению к толуолу на спектрофотометре при длине волны (610±10) нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны (670±10) нм».

Пункт 3.4.3. Последний абзац исключить.

Пункт 3.5. Первый абзац. Заменить слова: «прибавляют 1 см³ 2 %-ного раствора углекислого натрия х.ч. (ГОСТ 83—79)» на «(ГОСТ 9147—80), прибавляют 1 см³ раствора химически чистого углекислого натрия (ГОСТ 83—79) с массовой долей 2 %»;

второй абзац. Заменить слова: «2 %-ного раствора углекислого натрия» на «раствора углекислого натрия с массовой долей 2 %».

Пункт 3.6. Первый абзац. Исключить слова: «25 %-ным»; заменить слова: «0,2 %-ного раствора *n*-нитрофенола» на «раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 %».

Пункт 3.7 изложить в новой редакции:

«3.7. Определение массовой доли хлоридов

3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Иономер ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Электрод серебряный индикаторный, изготовленный в виде спирали из серебряной проволоки длиной 300 мм, диаметром 1,0—1,5 мм или из серебряной пластины длиной 100 мм, шириной 10 мм. Перед применением поверхность электрода чистят тонкой наждачной бумагой и выдерживают в растворе азотной кислоты до появления пузырьков на поверхности металла. При повторном использовании серебряный электрод сначала помещают в раствор аммиака для растворения налета азотнокислого серебра, а затем в раствор азотной кислоты.

Электрод хлорсеребряный с мостиком, заполненный насыщенным раствором азотнокислого натрия, или рутно-каломельный, насыщенный азотнокислым натрием.

Бюретка 3—2—25—0,10 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—100—18 ТС по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-250 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—10 и 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч., разбавленная 1:2.

Магний сернистый 7-водный по ГОСТ 4523—77.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79, насыщенный раствор.

Натрий сернистокислый 7-водный или натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77; раствор с массовой долей 3 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации с (AgNO₃)=0,05 моль/дм³ (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

3.7.2. *Проведение анализа*

10,00 г (7 см³) препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 25 см³ раствора азотной кислоты и 5 см³ перекиси водорода. Содержимое колбы перемешивают и нагревают на песчаной бане при температуре около 200 °С до обесцвечивания, поддерживая объем постоянным. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в стакан, прибавляют 50—80 см³ воды, 2—3 кап-

(Продолжение см. с. 176)

ли раствора сернистоокислого натрия, около 3 г 7-водного сернистоокислого магния и титруют из бюретки раствором азотнокислого серебра, прибавляя его порциями по 0,1 см³. После каждой порции титранта носик бюретки омывают 2—3 каплями воды.

Сначала титруется оставшийся бром-ион (первый скачок потенциала), затем хлор-ион (второй скачок потенциала). Разность потенциалов считают установившейся, если она не меняется в течение 1 мин.

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю хлоридов (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,001773 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на суммарное титрование бром-иона и хлор-иона, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование бром-иона (первый скачок потенциала), см³;

m — масса навески препарата, г;

0,001773 — масса хлоридов, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,05 моль/дм³.

Объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование V (V_1) в кубических сантиметрах, вычисляют с точностью до второго десятичного знака по формуле

$$V(V_1) = V_n + \frac{0,1 \cdot A}{A + B},$$

где V_n — объем раствора азотнокислого серебра концентрации 0,05 моль/дм³, соответствующий точке начала скачка потенциала, см³;

A — разность потенциалов после скачка, мВ;

B — разность потенциалов до скачка, мВ;

0,1 — интервал дозировки раствора азотнокислого серебра при титровании, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,003 %.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,002$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 3.8. Второй абзац. Заменить слова: «массовая доля» на «масса»; дополнить абзацем: «Допускается измерение оптической плотности при длине волны 400—440 нм».

Пункт 3.9. Последний абзац. Заменить слова: «30 мл 0,4 %-ного раствора 2-водного двуххлористого олова» на «30 см³ раствора 2-водного двуххлористого олова с массовой долей 0,4 %».

Пункт 3.10. Первый абзац. Исключить слова: «25 %-ным».

Пункт 4.1. Третий абзац. Заменить слова: «VI не более 3000 г» на «VI не более 3 кг»;

последний абзац исключить.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.1а (после п. 4.1):

«4.1а. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 6, подкласс 6.1, классификационный шифр 6141)».

Пункт 5.1 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие бромистоводородной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения».

Пункт 6.1 дополнить словами: «и нарушать функции центральной нервной системы и терморегуляцию».

(Продолжение изменения к ГОСТ 2062—77)

Предельно допустимая концентрация бромистого водорода в воздухе рабочей зоны — 2 мг/м³. Бромистый водород относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007—76».

Раздел 6 дополнить пунктами — 6.5, 6.6:

(Продолжение см. с. 178)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2062—77)

«6.5. Жидкие отходы производства возвращаются в производственный цикл.

6.6. В воздухе рабочей зоны бромистый водород в присутствии брома определяют способом, основанным на поглощении раствором мышьяковистой кислоты с последующим взаимодействием с азотнокислым серебром».

(ИУС № 2 1988 г.)