

Умсе. изм. №1 (изм. 11-822.)
Вместо изм. №2 (изм. 5-84)
Умсе. изм. №3 (изм. 11/84)

+



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАЛЬЦИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4142-77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

**РАЗРАБОТАН ВНИИ химических реактивов и особо чистых веществ
(ИРЕА)**

Зам. директора Г. В. Грязнов

Руководители темы: В. Г. Будзь, И. Л. Роттенберг

Исполнители: В. А. Смородинская, К. П. Лесина, И. В. Жарова, Л. В. Кидярова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии В. Ф. Ростунов

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор А. В. Гличев

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 4 мая 1977 г. № 1139

Реактивы
КАЛЬЦИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

ГОСТ
4142—77

Технические условия

Reagents. Calcium nitrate 4 aqueous. Specifications

Взамен
ГОСТ 4142—66

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 4 мая 1977 г. № 1139 срок действия установлен *бу ограничить*

ш.р. 3-92 с 01.01 1978 г.
до 01.01 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону *01.01.93*
(111465-84)

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 4-водный азотнокислый кальций, который представляет собой бесцветные кристаллы; растворим в воде; расплывается на воздухе.

Формула $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 236,15.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 4-водный азотнокислый кальций должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 4-водный азотнокислый кальций должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.)	Чистый для анализа (ч. л. а.)	Чистый (ч.)
1. Массовая доля 4-водного азотнокислого кальция $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, %, не менее	99,0	98,5	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.)	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
3. Кислотность (HNO ₃), %, не более	0,01	0,02	0,05
4. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,005	0,010	0,030
5. Массовая доля фосфатов (PO ₄), %, не более	0,001	0,002	Не нормируется
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,002	
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0002	0,0005
8. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,01	0,05	0,10
9. Массовая доля калия и натрия (K+Na), %, не более	0,02	0,05	0,20
10. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 320 г.

3.2. Определение массовой доли 4-водного азотнокислого кальция

3.2.1. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10398—76.

При этом около 2,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают.

25 мл полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 75 мл воды и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Массовую долю 4-водного азотнокислого кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01181 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot m},$$

где V — объем точно 0,05 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

0,01181 — масса 4-водного азотнокислого кальция, соответствующая 1 мл точно 0,05 М раствора трилона Б, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

3.3.2. Проведение анализа

50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 200—300 мл и растворяют при нагревании в 100 мл воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 150 мл воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый — 1,0 мг,

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

3.4. Определение кислотности

3.4.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—75.

Натрия гидроокись (натр едкий) по ГОСТ 4328—77; 0,05 н. раствор.

Индикатор смешанный (метиловый красный по ГОСТ 5853—51 и метиленовый голубой); готовят по ГОСТ 4919—68.

3.4.2. Проведение анализа

10 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 200 мл, растворяют в 50 мл воды, прибавляют 2 капли раствора смешанного индикатора и титруют из микробюретки раствором едкого натра до перехода фиолетовой окраски раствора в зеленую.

3.4.3. Обработка результатов

Кислотность (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,003150 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,05 н. раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;
0,003150 — количество азотной кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,05 н. раствора едкого натра, г;
 m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002%.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 0,3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку, растворяют в 5 мл воды, прибавляют 1 мл 25%-ного раствора соляной кислоты, 1 мл раствора технического формалина (ГОСТ 1625—75) и выпаривают досуха на песчаной бане при температуре не выше 200°C. Остаток смачивают 0,5 мл раствора формалина и 7 мл воды и снова выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в смеси, состоящей из 25 мл воды и 1 мл 10%-ного раствора соляной кислоты, и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуальнометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание сульфатов не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 0,015 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,030 мг,
- для препарата чистый — 0,090 мг.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на содержание сульфатов в применяемых количествах формалина и соляной кислоты (для разложения навески препарата), определяемую контрольным опытом.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 15 мл воды и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание фосфатов не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 0,02 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,04 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке содержания фосфатов анализ заканчивают фотометрически.

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74.

При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл и растворяют в 40 мл воды. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой, и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание хлоридов не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,02 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке содержания хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.8. Определение массовой доли магния

3.8.1. Приборы, реактивы и растворы

Спектрограф типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-2.

Выпрямитель кремневый типа ВАЗ 230×70.

Микрофотометр типа МФ-2.

Спектропроектор типа ПС-18.

Лампа инфракрасная.

Микропипетка.

Угли графитированные для спектрального анализа ОС.Ч 7—3 (электроды угольные); верхний электрод диаметром 6 мм с цилиндрическим каналом диаметром 4 мм и глубиной 6 мм, нижний электрод диаметром 6 мм заточен на конус.

Фотопластинки спектральные, тип 1, чувствительностью 6 отн. ед.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, х. ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Кальций азотнокислый 4-водный, проверенный на отсутствие магния в условиях данной методики; при наличии примеси ее определяют методом добавок и учитывают при построении градуировочного графика.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71.

Натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429—66.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63 или

натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

Раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212—76 — раствор А; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,1 мг/мл Mg — раствор Б.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б—16 г безводного углекислого натрия (или 40 г кристаллического углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в питьевой воде, доводят объем раствора водой до 2 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

3.8.2. Подготовка к анализу

3.8.2.1. Подготовка пробы

0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в кварцевую чашку вместимостью 25 мл, прибавляют 1 мл воды и тщательно перемешивают. На дно кратера электрода, подготовленного по п. 3.9.4, помещают 3 мг хлористого натрия, вносят микропипеткой 0,04 мл анализируемого раствора и высушивают досуха под инфракрасной лампой.

3.8.2.2. Приготовление образцов для построения градуировочного графика

В четыре кварцевые чашки вместимостью 25 мл помещают 0,5 г 4-водного азотнокислого кальция, не содержащего определяемого элемента или с известным его содержанием и взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, прибавляют количество воды и количество раствора А и Б, указанные в табл. 2, и тщательно перемешивают. На дно кратера электродов вносят микропипеткой 0,04 мл полученных растворов и высушивают досуха под инфракрасной лампой.

Таблица 2

Номера образцов	Количество воды, мл	Количество раствора, мл		Массовая доля Mg в пересчете на препарат	
		А	Б	мг	%
1	0,75	—	0,25	0,025	0,005
2	0,50	—	0,50	0,05	0,01
3	0,85	0,15	—	0,15	0,03
4	0,50	0,50	—	0,5	0,1

3.8.2.3. Рекомендуемые условия съемки спектрограммы

Сила тока, А	10
Ширина щели, мм	0,015
Экспозиция, с	60
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5

Перед съемкой угольные электроды предварительно обжигают в дуге постоянного тока в течение 15 с при силе тока 10 А и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах магния.

3.8.3. Проведение анализа

Подсушенный под инфракрасной лампой электрод с анализируемой пробой возбуждают в дуге постоянного тока и снимают спектрограмму. Также поступают с образцами, содержащими Mg.

Спектры анализируемого препарата и образцов снимают на одной фотопластинке 3 раза. Каждый раз ставят новую пару электродов. Щель открывают без предварительного обжига.

3.8.4. Обработка спектрограммы и результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитической спектральной линии определяемого элемента и линии соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой, нм:

$$\text{Mg—280,27.}$$

Для каждой аналитической линии вычисляют разность почернений (ΔS):

$$\Delta S = S_{\lambda+\phi} - S_{\phi},$$

где $S_{\lambda+\phi}$ — почернение линии + фона,

S_{ϕ} — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение (ΔS).

По значениям ΔS аналитических пар линий примеси образца строят градуировочный график для определяемого элемента, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций ($\lg C$), на оси ординат — среднее арифметическое значение разности почернений (ΔS).

Массовую долю примеси в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 15% относительно вычисляемой величины.

3.9. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в

коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), растворяют в 20 мл воды, прибавляют 1 мл раствора соляной кислоты и нагревают до кипения. Раствор охлаждают и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание железа не будет превышать:

- для препарата химически чистый — 0,005 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
- для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке содержания железа анализ заканчивают фотометрически.

3.10. Определение массовой доли калия и натрия

Определение проводят пламенно-фотометрическим методом по ГОСТ 13543—76.

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 100 мл с притертой или резиновой пробкой, растворяют в 25 мл воды и далее определение проводят сероводородным методом, прибавляя 0,5 мл уксусной кислоты (вместо 1 мл) и 6 мл раствора уксуснокислого аммония (вместо 1 мл). Заканчивают определение в объеме 41,5 мл.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

- для препарата химически чистый — 0,010 мг Pb,
- для препарата чистый для анализа — 0,025 мг Pb,
- для препарата чистый — 0,050 мг Pb,

0,5 мл уксусной кислоты, 6 мл раствора уксуснокислого аммония и 10 мл сероводородной воды.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Б-6, Б-5п.

Группа фасовки: IV, V, VI не более 3000 г

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие 4-водного азотнокислого кальция требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения препарата, установленных настоящим стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения препарат перед применением должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 4-водный азотнокислый кальций в больших количествах действует на кожные покровы раздражающе и прижигающе, может вызывать медленно заживающие изъязвления.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки), а также соблюдать меры личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией; анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

6.4. 4-водный азотнокислый кальций — окислитель, в смеси с горючими материалами и органическими соединениями легко воспламеняется и сильно горит.

Редактор *А. С. Пишениная*
Технический редактор *Л. Б. Семенова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Изменение № 1 ГОСТ 4142—77 Реактивы. Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.07.82 № 2788 срок введения установлен

с 01.12.82

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2122 0030 07.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения и слова: мл на см³, «содержание» на «массовую долю», «седьмого натра» и «натрия гидрат окиси (натр едкий)» на «гидроокиси натрия».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.1а (перед п. 1.1):

«1.1а. 4-водный азотнокислый кальций должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке».

Пункт 1.1. Таблица 1. Головку таблицы дополнить кодами: для х.ч. — ОКП 26 2122 0033 04, для ч.д.а. — ОКП 26 2122 0032 05, для ч. — ОКП 26 2122 0031 06;

пункт 8. Заменить нормы: 0,05 на 0,02; 0,10 на 0,05.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1):

«3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77».

Пункт 3.4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 4919—68 на ГОСТ 4919.1—77.

Пункт 3.8 изложить в новой редакции:

«3.8. Определение массовой доли магния проводят по ГОСТ 22001—76.

При этом анализируемый раствор готовят следующим образом: 0,50 г препара-

(Продолжение см. стр. 164)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4142-77)

та помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в воде, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Для приготовления растворов сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают раствор А в объемах, указанных в табл. 2. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см ³	Введено Mg в раствор сравнения в виде добавок, мг/100см ³	Массовая доля Mg в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	1	0,01	0,01
2	3	0,03	0,03
3	5	0,05	0,05

Пункт 4.1. Заменить слова: «Вид упаковки: Б-6, Б-5п» на «Вид и тип тары: 2-4, 2-9».

Пункт 5.2. Исключить слова: «По истечении гарантийного срока хранения препарат перед применением должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта».

(ИУС № 31 1982 г)

Изменение № 2 ГОСТ 4142—77 Реактивы. Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.02.87 № 195

Дата введения 01.07.87

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

Пункт 1.1а исключить.

Пункт 1.2. Таблица. Графа «Чистый для анализа» Для пункта 5 заменить норму: 0,002 на 0,001;

графа «Чистый». Для пункта 9 заменить норму: 0,20 на 0,10.

Стандарт дополнить разделом — 2а (перед разд. 2):

«2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 4-водный азотнокислый кальций в больших количествах действует на кожные покровы раздражающе и прижигающе, вызывает медленно заживающие язвочки.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки), а также соблюдать меры личной гигиены.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией; анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2а.4. 4-водный азотнокислый кальций — окислитель, в смеси с горючими материалами и органическими соединениями легко воспламеняется и сильно горит».

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

Пункт 3.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «При этом около 2,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.» на «При этом около 2,5000 г препарата»;

формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,05 М раствора трилона Б» на «раствор трилона Б концентрации точно $c(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ (0,05 М)» (2 раза).

(Продолжение см. с. 140)

Пункт 3.3.1. Второй абзац. Заменить ссылку и слова: «по ГОСТ 9775-69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16» на «ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336-82»;

дополнить абзацами: «Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с ценой деления 0,0001 г.

Стакан В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1-100 по ГОСТ 1770-74».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.» на «50,00 г препарата»; «с погрешностью не более 0,0002 г.» на «весах с ценой деления 0,0001 г.».

Пункт 3.4.1. Наименование изложить в новой редакции:

«3.4.1. Реактивы, растворы и посуда»;

второй абзац. Заменить слова: «0,05 н. раствор» на «раствор концентрации с (NaOH) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.)»;

третий абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5853-51»;

дополнить абзацами: «Весы лабораторные 3-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с ценой деления 0,01 г.

Бюретка 1-2-2-0,01 по ГОСТ 20292-74.

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

Цилиндр 1-100 по ГОСТ 1770-74».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. 11,0 г препарата помещают в колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 2 капли раствора смешанного индикатора и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до перехода фиолетовой окраски раствора в зеленую».

Пункт 3.4.3. Формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,05 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.)» (2 раза), «количество» на «масса».

Пункт 3.5. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 0,3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.» на «При этом 0,30 г препарата»; «25%-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25%»;

второй абзац. Заменить слова: «10%-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 10%»;

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

(Продолжение см. с. 141)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4142—77)

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 2,00 г препарата»; второй абзац. Заменить слова: «массовая доля» на «масса»; изменить значение (для препарата чистый для анализа): 0,04 мг на 0,02 мг.

Пункт 3.7. Второй абзац. Заменить слова: «При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 1,00 г препарата»; «фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом» на «фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим методом (в объеме 40 см³)»;

третий абзац. Заменить слово: «массовая доля» на «масса».

(Продолжение см. с. 142)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4142—77)

Пункт 3.9. Второй абзац. Заменить слово: «массовая доля» на «масса».

Пункты 3.9, 3.11. Первый абзац. Заменить слова: «При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.» на «При этом 5,00 г препарата».

Пункт 3.10. Заменить ссылку: ГОСТ 13543—76 на ГОСТ 26726—85.

Пункт 5.1 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие кальция азотнокислого 4-водного требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения».

Раздел 6 исключить.

(ИУС № 5 1987 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 4142—77 Реактивы. Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.11.91 № 1809

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта. Заменить слова: «4-aguous» на «tetrahydrate».

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «реактив — 4-водный азотнокислый кальций» на «4-водный азотно-кислый кальций»;

исключить слова: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества»;

третий абзац. Заменить слово и дату: «Молекулярная» на «Относительная молекулярная»; 1971 на 1985;

дополнить абзацем: «Все требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункт 1.2. Таблица 1. Графа «Наименование показателя». Показатели 3, 9 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля кислот в пересчете на азотную кислоту (HNO_3), %, не более.

9. Массовая доля суммы калия и натрия ($\text{K}+\text{Na}$), %, не более».

Пункт 2а.1. Исключить слова: «в больших количествах».

Пункт 2а.2 после слова «(резиновые)» изложить в новой редакции: «перчатки, защитные очки, респираторы), а также соблюдать правила личной гигиены».

Пункт 2а.3. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной механической вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией».

Пункт 3.1а дополнить абзацами: «При взвешивании применяют лаборатор-

(Продолжение см. с. 106)

ные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 Г-М или ВЛЭ-200 г.

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

Пункт 3.2 изложить в новой редакции:

«3.2. Определение массовой доли 4-водного азотно-кислого кальция

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 2,5000 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора помещают лийеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 75 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Масса 4-водного азотно-кислого кальция, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно $c(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,06$ моль/дм³, — 0,01181 г.

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

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

Пункт 3.2.1 исключить.

Пункт 3.3.1. Третий абзац исключить;

пятый абзац. Заменить обозначение: 1—100 на 1(3)—100—2;

дополнить абзацем (после последнего): «Чашка ЧВК по ГОСТ 25336—82».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции (кроме наименования): «50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 100 см³ воды. Стакан закрывают часовым стеклом или чашкой и выдерживают в течение 1 ч

(Продолжение см. с. 107)

на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 160 см³ воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата «химически чистый» ±3% , для препарата «чистый для анализа» ±2% и для препарата «чистый» ±1% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Пункт 3.4 изложить в новой редакции: «3.4. Определение массовой доли кислот в пересчете на азотную кислоту».

Пункт 3.4.1. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—77 на ГОСТ 4517—87;

второй абзац изложить в новой редакции: «Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77; раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH})=0,05$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1—83 соответствующим разбавленным раствором большой концентрации»;

четвертый абзац исключить;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Бюретка 1—2—2—0,01 или 6—2—2—2, или 7—2—3 по ГОСТ 20292—74»;

седьмой абзац. Заменить обозначение: 1—100 на 1(3)—100—2.

Пункт 3.4.2 дополнить наименованием: «3.4.2. Проведение анализа»; заменить значение: 11,0 на 11,00.

Пункт 3.4.3. Первый абзац. Заменить слово: «Кислотность» на «Массовую долю кислот в пересчете на азотную кислоту»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,001 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.5. Первый абзац до слов «выпаривают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 0,30 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), растворяют в 5 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 1 см³ раствора технического формалина (ГОСТ 1625—89)»;

третий абзац после слова «если» изложить в новой редакции: «масса сульфатов не будет превышать»;

пятый абзац. Заменить значение: 0,030 на 0,03;

шестой абзац. Заменить значение: 0,090 на 0,09;

седьмой абзац. Заменить слова: «содержание сульфатов» на «массу сульфатов».

Пункт 3.6. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³»;

пятый абзац. Заменить слово: «заканчивают» на «проводят»;

шестой абзац. Заменить слово: «заканчивают» на «проводят».

Пункт 3.7. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 50 или 40 см³) и растворяют в 37 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуальнотурбидиметрическим методом (способ 2)»;

третий абзац после слова «если» изложить в новой редакции: «масса хлоридов не будет превышать»;

четвертый, пятый абзацы. Заменить значение: 0,02 на 0,020;

шестой абзац. Заменить значение: 0,05 на 0,050;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массы».

Пункт 3.8. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 22001-76 на ГОСТ 22001-87; второй абзац. Заменить слова: «раствор А» на «раствор массовой концентрации 1 мг/см³ Mg (готовят по ГОСТ 4212-76)»;

таблица 2. Головка. Заменить слова: «Объем раствора А, см³» на «Объем раствора, см³»; «Введено Mg в раствор сравнения в виде добавок, мг/100 см³» на «Масса Mg в 100 см³ раствора сравнения, мг».

Пункты 3.8.1, 3.8.2, 3.8.2.1, 3.8.2.2, 3.8.2.3, 3.8.3, 3.8.4 исключить.

Пункты 3.9. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10555-76. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³»;

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

шестой абзац. Заменить слово: «заканчивать» на «проводить»;

последний абзац изложить в новой редакции: «При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят фотометрически».

Пункт 4.1. Второй абзац дополнить словами: «или II-1, II-6, упакованные в картонные навинные барабаны»;

третий абзац. Заменить слова: «не более 3000 г» на VII;

дополнить абзацем: «На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433-88 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5113), серийный номер ООН 1484».

Пункт 5.1 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 4-водного азотно-кислого кальция требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения».

(ИВС № 3 1992 г.)