18289-78

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

# НАТРИЙ ВОЛЬФРАМОВОКИСЛЫЙ 2-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 18289—78

Издание официальное

ВНИИКИ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

**РАЗРАБОТАН** Министерством химической промышленности

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина, Г. И. Федотова, З. А. Жукова, Л. В. Кидиярова

**ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности

Член Коллегии В. Ф. Ростунов

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 ноября 1978 г. № 3194

УДК 546.33'786—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ ВОЛЬФРАМОВОКИСЛЫЙ 2-ВОДНЫЙ

Технические условия

Reagents. Sodium tungstate 2-aqueous. Specification

# ГОСТ 18289—78

Взамен ГОСТ 18289—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 ноября 1978 г. № 3194 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.

до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 2-водный вольфрамовокислый натрий, представляющий собой белый кристаллический порошок, легко растворимый в воде, слабо растворимый в аммиаке, нерастворимый в спирте; разлагается неорганическими кислотами, на воздухе выветривается.

Формула $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 329,81.

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 2-водный вольфрамовокислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 2-водный вольфрамовокислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979

Таблица 1

| Наименование показателя | Норма | |
|---|---|---|
| | Чистый для анализа (ч.д.а.) | Чистый (ч.) |
| 1. Массовая доля 2-водного вольфрамовокислого натрия ($Na_2WO_4.2H_2O$), %, не менее | 99,0 | 98,0 |
| 2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более | 0,01 | 0,02 |
| 3. Массовая доля азота (N) из нитратов, нитритов и др., %, не более | 0,01 | 0,02 |
| 4. Массовая доля сульфатов ($SO_4$), %, не более | 0,01 | 0,02 |
| 5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более | 0,003 | 0,010 |
| 6. Массовая доля железа (Fe), %, не более | 0,0005 | 0,002 |
| 7. Массовая доля молибдена (Mo), %, не более | 0,002 | 0,005 |
| 8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более | 0,0005 | 0,0005 |
| 9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более | 0,001 | 0,003 |
| 10. pH 5%-ного раствора препарата | 8—10 | 8—10 |

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 2-водный вольфрамовокислый натрий токсичен, может вызывать лихорадку и сердечную недостаточность.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки).

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

## 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

## 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 150 г.

4.2. Определение массовой доли 2-водного вольфрамовокислого натрия

4.2.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,1 н. раствор.

Д (—) Маннит по ГОСТ 8321—74.

Метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

4.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,5 г тщательно растертого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 50 мл воды, прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и, если раствор окрашивается в розовый цвет, нейтрализуют раствором соляной кислоты до обесцвечивания.

Затем прибавляют 1—2 капли раствора метилового красного, 2 г Д (—) Маннита и титруют раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски раствора в розовую.

4.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 2-водного вольфрамовокислого натрия ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{V\cdot 0,03298\cdot 100}{m},$$

где $V$ — объем точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по метиловому красному, мл;

0,03298 — масса 2-водного вольфрамовокислого натрия, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, 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%.

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25%-ный раствор.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 9775—69.

4.3.2. *Проведение анализа*

20 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 500 мл и растворяют в 200 мл воды. Раствор нагревают на кипящей водяной бане до полного просветления и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 300 мл горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 4 мг.

4.4. Определение массовой доли азота из нитратов, нитритов и др.

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74, при этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки.

10 мл полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в круглодонную колбу, прибавляют воду и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если общая масса азота не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли азота анализ проводят фотометрическим методом.

4.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74, при этом 4 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 150 мл (с меткой на 100 мл) и растворяют в 40 мл воды. Затем прибавляют 25 мл концентрированной соляной кислоты (ГОСТ 3118—77, х. ч.), 5 мл 25%-ного раствора азотной кислоты (ГОСТ 4461—77) и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15—20 мин. Содержимое колбы охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают, дают осадку отстояться и фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячей водой (не добиваясь абсолютной прозрачности фильтрата). Первые 10 мл фильтрата отбрасывают.

10 мл фильтрата (соответствуют 0,4 г препарата) помещают в фарфоровую чашку и выпаривают на кипящей водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл 10%-ного раствора соляной кислоты и 25 мл воды, фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячей водой, и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,

для препарата чистый — 0,08 мг.

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

4.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74, при этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают

в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 20 мл воды, содержащей 1 г лимонной кислоты (ГОСТ 3652—69) или трехзамещенного лимоннокислого натрия (ГОСТ 22280—76), и по каплям, при перемешивании, прибавляют 1 мл раствора азотной кислоты. Если раствор мутный, его фильтруют через тщательно промытый 1%-ным раствором азотной кислоты беззольный фильтр.

Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), не прибавляя раствор азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг Cl,

для препарата чистый — 0,050 мг Cl,

1 г лимонной кислоты или трехзамещенного лимоннокислого натрия, 1 мл раствора азотной кислоты и 1 мл раствора азотнокислого серебра.

4.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75, при этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 15 мл воды, прибавляют 0,5 мл раствора соляной кислоты и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя в анализируемый раствор раствор соляной кислоты и прибавляя в растворы сравнения по 0,5 мл раствора соляной кислоты вместо 1 мл.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

4.8. Определение массовой доли молибдена

4.8.1. *Химический метод*

4.8.1.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76, 30%-ный раствор.

Раствор, содержащий Mo; готовят по ГОСТ 4212—76.

Фенилгидразин солянокислый по ГОСТ 5834—73, 10%-ный раствор, профильтрованный через беззольный фильтр.

4.8.1.2. *Проведение анализа*

0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 5 мл воды, 5 мл раствора трехзамещенного лимоннокислого натрия, 20 мл уксусной кислоты, перемешивают до растворения препарата, прибавляют 5 мл раствора солянокислого фенилгидразина, нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин и охлаждают.

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

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Mo,

для препарата чистый — 0,025 мг Mo,

5 мл раствора трехзамещенного лимоннокислого натрия, 20 мл уксусной кислоты и 5 мл раствора солянокислого фенилгидразина.

4.8.2. *Спектрографический метод*

4.8.2.1. ***Аппаратура, реактивы и растворы***

Спектрограф СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения (изображение источника света сфокусировано в фокальной плоскости) и трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-2.

Микрофотометр типа МФ-2.

Спектропроектор типа ПС-18.

Весы торсионные типа ВТ с ценой деления 1 мг.

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

Фотопластинки спектрографические типа ЭС, чувствительностью 7 отн. единиц.

Молибдена (VI) окись.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный (основа) по настоящему стандарту, не содержащий молибдена или с минимальной массовой долей его, которую определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при приготовлении образцов сравнения.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

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

Натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429—76.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор А—2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного 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 10-водного 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 серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

4.8.2.2. *Подготовка к анализу*

Анализируемую пробу тщательно растирают в ступке из органического стекла в течение 10 мин.

Готовят образцы сравнения на основе 2-водного вольфрамовокислого натрия, не содержащего молибден или с минимальной массовой долей его.

Готовят головной образец с массовой долей молибдена 1% растиранием в ступке из органического стекла 0,0075 г окиси (VI) молибдена и 0,4920 г 2-водного вольфрамовокислого натрия.

Смешивают соответствующие количества головного образца с основой и получают образцы с массовой долей молибдена, указанной в табл. 2.

Таблица 2

| Номер образца сравнения | Массовая доля молибдена в образцах сравнения, % |
|---|---|
| 1 | 0,1 |
| 2 | 0,01 |
| 3 | 0,005 |
| 4 | 0,002 |

4.8.2.3. *Проведение анализа*

Анализ проводят в дуге переменного тока при следующих условиях:

| | |
|---|---|
| Сила тока, А | 12 |
| Ширина щели, мм | 0,01 |
| Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм | 5 |
| Экспозиция, с | 60 |
| Вырезаемая область спектра, нм | 252—337 |

Перед съемкой спектрограммы электроды обжигают при силе тока 10 А в течение 10 с.

Анализируемую пробу и образцы сравнения плотно набивают в кратеры угольных электродов. Масса навески определяется размером канала.

Спектры анализируемой пробы и образцов сравнения снимают на одной фотопластинке не менее трех раз, ставя каждый раз новую пару электродов.

4.8.2.4. *Обработка результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова тщательно промывают и высушивают на воздухе (при помощи вентилятора).

Затем фотометрируют аналитические спектральные линии молибдена и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой.

Аналитические линии молибдена 313,25 и 315,81 нм.

Вычисляют разность почернений ($\Delta S$)

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии молибдена с фоном;

$S_{ф}$ — почернение линии фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение ($\Delta S'$) разности почернений для молибдена в анализируемой пробе и в образце сравнения.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если величина $\Delta S'$ анализируемой пробы не будет превышать $\Delta S'$ образцов сравнения: № 3 для препарата чистый и № 4 для препарата чистый для анализа.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 25% относительно вычисляемой величины.

При разногласиях в оценке массовой доли молибдена анализ проводят спектрографическим методом.

4.9. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75, при этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 200 мл и растворяют в 100 мл воды.

20 мл полученного раствора (соответствуют 0,2 г препарата) помещают в колбу прибора для определения мышьяка и далее определение проводят по способу 2.

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

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг А,
для препарата чистый — 0,001 мг А,
20 мл раствора серной кислоты, 0,5 мл раствора 2-водного двухлористого олова и 5 г цинка.

4.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76, при этом 1 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 тиоацетамидным методом фотометрически или визуально.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать:
для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,
для препарата чистый — 0,03 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрически.

4.11. Определение pH 5%-ного раствора препарата

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 200 мл, растворяют в 95 мл дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—75), и измеряют pH раствора на pH-метре со стеклянным электродом.

## 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Б-1, Б-5п.

Группа фасовки: III, IV, V.

На этикетке должна быть надпись: «Токсичен».

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

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

## 6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие 2-водного вольфрамовокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения препарата, установленных стандартом.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления. По истечении указанного срока хранения препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

**Изменение № 1 ГОСТ 18289—78 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.05.89 № 1324**

**Дата введения 01.01.90**

Наименование стандарта. Заменить слова: «Specification» на «Specifications»;

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 2112 0230 07.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Вводная часть. Исключить слова: «реактив»; «Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для первой категории качества».

Пункт 1.2. Таблица 1. Головку дополнить кодами ОКП: графа «Чистый для анализа (ч.д.а.)» — ОКП 26 2112 0232 05: графа «Чистый (ч)» — ОКП 26 2112 0231 06;

*(Продолжение см. с. 198)*

графа «Наименование показателя». Показатели 3, 10 изложить в новой редакции: «3. Массовая доля общего азота (N), %, не более»; «10. pH раствора препарата с массовой долей 5 %»;

графа «Норма». Заменить значения: 99,0 на 99; 98,0 на 98.

Пункт 2.1 после слова «токсичен» дополнить словами: «раздражает кожу, верхние дыхательные пути, вызывает нарушения со стороны желудочно-кишечного тракта».

Пункт 2.3. Исключить слово: «механической».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2. «3.2. Массовые доли общего азота, сульфатов, железа, молибдена, мышьяка и тяжелых металлов определяют периодически в каждой 10-й партии».

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

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

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления

*(Продолжение см. с. 199)*

10 мг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг).

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 4.2.1. Наименование изложить в новой редакции и дополнить абзацами (перед первым):

«4.2.1. *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.

Цилиндр 1/3/—50 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(HCl)=0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

четвертый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5853—51, 0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»;

пятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

последний абзац изложить в новой редакции: «Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77».

Пункт 4.2.2. Первый абзац до слов «растворяют в 50 мл воды» изложить в новой редакции: «Около 0,5000 г тщательно растертого препарата помещают в коническую колбу».

Пункт 4.2.3. Формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³» (2 раза);

последний абзац после слов «параллельных определений» изложить в новой редакции: «абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 % при доверительной вероятности $P=0{,}95$».

Пункт 4.3.1. Второй абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %;» готовят по ГОСТ 4517—87»;

третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9775—69 на ГОСТ 25336—82;

дополнить абзацами: «Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1/3/—250 или 1—500 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см³ воды. Раствор нагревают на кипящей бане до полного просветления и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±20 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0{,}95$».

Пункт 4.4. Наименование и первый абзац изложить в новой редакции. «4.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 1770—74), растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки»;

второй абзац до слов «прибавляют воду» изложить в новой редакции: «20 см³ полученного раствора (соответствуют 0,20 г препарата) для препарата квалификации «чистый для анализа» или 10 см³ полученного раствора (соответствуют 0,10 г препарата) для препарата квалификации «чистый» помещают пипеткой в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82)»;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,01 мг на 0,02 мг;

последний абзац после слов «массовой доли» дополнить словом: «общего».

*(Продолжение см. с. 200)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 18289—78)*

Пункт 4.5. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 4,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ (с меткой на 100 $см^3$) и растворяют в 40 $см^3$ воды. Затем прибавляют 25 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (ГОСТ 3118—77, х. ч.), 5 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % (готовят по ГОСТ 4517—87) и нагревают на водяной бане в течение 15—20 мин. Содержимое колбы охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают, дают осадку отстояться и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой (не добиваясь абсолютной прозрачности фильтрата). Первые 10 $см^3$ фильтрата отбрасывают»;

второй абзац до слов «тщательно промытый» изложить в новой редакции: «10 $см^3$ фильтрата (соответствуют 0,40 г препарата) помещают пипеткой в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80) и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % и 25 $см^3$ воды, фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента»; дополнить словами: «не прибавляя раствор соляной кислоты».

Пункт 4.6. Первый абзац. Заменить слова: «при этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При этом 0,50 г препарата»; 1%-ным раствором азотной кислоты беззольный фильтр» на «раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % обеззоленный фильтр «синяя лента»;

второй абзац дополнить словами: «в объеме 25 $см^3$».

Пункт 4.7. Первый абзац до слов «вместимостью 50 мл» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу»; заменить значение: 15 мл на 20 $см^3$.

Пункт 4.8.1.1. Наименование изложить в новой редакции и дополнить абзацами (перед первым):

«4.8.1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10), 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

третий абзац. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Раствор массовой концентрации молибдена (Mo) 1 $мг/см^3$; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации молибдена (Mo) 0,01 $мг/см^3$»;

последний абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор, профильтрованный через беззольный фильтр» на «раствор с массовой долей 10 %, профильтрованный через обеззоленный фильтр «синяя лента».

Пункт 4.8.1.2. Первый абзац до слов «прибавляют 5 мл воды» изложить в новой редакции: «0,50 г препарата помещают в коническую колбу»; исключить слово: «кипящей».

Пункт 4.8.2.1 дополнить абзацем (после седьмого): «Ступка и пестик из органического стекла»;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Молибден (VI) оксид для спектрального анализа по ТУ 6—09—01—269—85 или молибден (VI) оксид по ТУ 6—09—4471—77»;

четырнадцатый—семнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.

Натрий сульфит 7-водный (натрий сернистокислый), ч.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79»;

двадцатый абзац. Заменить слово: «сернистокислого» на «сульфита»;

двадцать первый абзац. Исключить слово: «безводного»;

двадцать второй абзац перед словами «серноватистокислого натрия» дополнить словом: «5-водного»;

*(Продолжение см. с. 201)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 18289—78)*

дополнить абзацами: «Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Допускается применение другой аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками».

Пункт 4.8.2.2. Третий абзац. Заменить слово: «окиси» на «оксида»;

четвертый абзац. Заменить слово: «количества» на «массы».

Пункт 4.8.2.3 после слов «в течение 10 с» дополнить словами: «Все приспособления предварительно тщательно протирают ватным тампоном, смоченным в этиловом спирте».

Пункт 4.8.2.4. Предпоследний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25 %».

Пункт 4.9. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ (ГОСТ 25336—82) и растворяют в 100 $см^3$ воды»;

второй абзац после слова «помещают» дополнить словом: «пипеткой»; заменить слова: «по способу 2» на «визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде»;

третий абзац. Заменить слово и обозначение: «бумажки» на «бумаги» (2 раза), А на $A_3$ (2 раза).

Пункт 4.10. Первый абзац до слова «помещают» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 1,00 г препарата».

Пункт 4.11 изложить в новой редакции:

*(Продолжение см. с. 202)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 18289—78)*

«4.11. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), прибавляют цилиндром (ГОСТ 1770—74) 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), тщательно перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 pH.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 pH.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,1 pH при доверительной вероятности $P=0,95$».

Пункт 5.1. Второй — четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 9, подкласс 9.1 и классификационный шифр 9153)».

Пункты 6.1, 6.2 изложить в новой редакции:

«6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 2-водного вольфрамовокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления».

(ИУС № 8 1989 г.)

Редактор *Р. С. Федорова*
gost.e-ecolog.ru
ческий редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *В. Ф. Малютина*

Сдано в набор 06.12.78 Подп. в печ. 14.02.79 0,75 п. л. 0,51 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 3619