ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

# АММОНИЙ УКСУСНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3117—78

Издание официальное

БЗ 5—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.292'139—41:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

# АММОНИЙ УКСУСНОКИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ 3117—78

Reagents. Ammonium acetate. Specifications

ОКП 26 3421 0140 00

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на уксуснокислый аммоний, который представляет собой бесцветные гигроскопические кристаллы, легко растворимые в воде и спирте.

Формула: $CH_3COONH_4$

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 77,08.

Допускается изготовление уксуснокислого аммония по ИСО 6353-2—83 (Р.4) (приложение 1) и проводить анализы по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Уксуснокислый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям уксуснокислый аммоний должен соответствовать значениям, указанным в таблице.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

| Наименование показателя | Значение | | |
|---|---|---|---|
| | Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 3421 0143 08 | Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3421 0142 09 | Чистый (ч.) ОКП 26 3421 0141 10 |
| 1. Массовая доля уксусно-кислого аммония ($CH_3COONH_4$),%, не менее | 98,5 | 98,0 | 97,0 |
| 2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ,%, не более | 0,002 | 0,005 | 0,010 |
| 3. Массовая доля остатка после прокаливания,%, не более | 0,003 | 0,005 | 0,010 |
| 4. Массовая доля нитратов ($NO_3$),%, не более | 0,001 | 0,001 | Не нормируется |
| 5. Массовая доля сульфатов ($SO_4$),%, не более | 0,001 | 0,001 | 0,005 |
| 6. Массовая доля фосфатов ($PO_4$),%, не более | 0,0003 | Не нормируется | |
| 7. Массовая доля хлоридов (Cl),%, не более | 0,0003 | 0,0005 | 0,0010 |
| 8. Массовая доля железа (Fe),%, не более | 0,0001 | 0,0002 | 0,0010 |
| 9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb),%, не более | 0,0001 | 0,0005 | 0,0010 |
| 10. Массовая доля веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий (O),%, не более | 0,007 | 0,007 | Не нормируется |
| 11. pH раствора препарата с массовой долей 5 % | 6,7—7,3 | 6,7—7,3 | Не нормируется |

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Определение массовых долей нитратов, сульфатов, фосфатов и тяжелых металлов изготовитель проводит в каждой 20-й партии.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 500 г.

3.2. Определение массовой доли уксуснокислого аммония

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 50 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$.

Колба Кн-2—250—22(34) ТХС по ГОСТ 25336.

Секундомер.

Термометр со шкалой до 100 °С.

Цилиндр 1(3)—50(100)—2 или мензурка 100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы молярной концентрации $c$ (NaOH)=1 моль/$дм^3$ (1 н.) и $c$ (NaOH)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор, разбавленный 1:1, нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

3.2.2. *Проведение анализа*

2,0000 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 40 $см^3$ воды. К раствору прибавляют 25 $см^3$ раствора формалина и тщательно перемешивают. Затем прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина, подогревают раствор до 40—45 °С (после каждого измерения температуры термометр обмывают небольшим объемом воды) и медленно титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия

молярной концентрации 1 моль/дм$^3$ до появления розовой окраски раствора.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю уксуснокислого аммония ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}07708 \cdot 100}{m},$$

где $V$ — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм$^3$, израсходованный на титрование, см$^3$;

0,07708 — масса уксуснокислого аммония, соответствующая 1 см$^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм$^3$, г;

$m$ — масса навески препарата, г.

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

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

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий типа ТФ класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—2 или мензурка 100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 50 см$^3$ горячей воды, затем 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 50 см$^3$ 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 химически чистый — 1 мг;

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг;

для препарата чистый — 5 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±40 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания

Определение проводят по ГОСТ 27184 из навески 40,00 г в платиновом тигле (ГОСТ 6563). Содержимое тигля нагревают на песчаной бане до полного улетучивания уксуснокислого аммония и прокаливают до постоянной массы при 550—600 °С в муфельной печи.

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

для препарата химически чистый — 1,2 мг;

для препарата чистый для анализа — 2,0 мг;

для препарата чистый — 4,0 мг.

Тигель с остатком сохраняют для определения массовой доли железа по п. 3.9.

3.3.2, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2. Для этого 2,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 10 $см^3$ воды, отмеряя воду цилиндром, и далее определение проводят методом с применением индигокармина.

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

для препарата химически чистый — 0,02 г $NO_3$;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг $NO_3$,

1 $см^3$ раствора хлористого натрия, 1 $см^3$ раствора индигокармина и 12 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. Для этого 2,00 г пре-

парата помещают в коническую колбу (с меткой на 25 $см^3$) и растворяют в 15 $см^3$ воды, отмеряя воду цилиндром. К раствору прибавляют 2—3 капли спиртового раствора 2,4-динитрофенола с массовой долей 0,1 % (готовят по ГОСТ 4919.1), нейтрализуют раствором соляной кислоты и прибавляют 0,5 $см^3$ избытка раствора соляной кислоты.

Затем объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1), не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата химически чистый — 0,02 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,10 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси сульфатов в результат анализа вносят поправку.

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

3.7. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. Для этого 5,00 г препарата помещают в коническую колбу (с меткой на 15 $см^3$), прибавляют пипеткой (вместимостью 5 $см^3$) 5 $см^3$ воды, тщательно перемешивают, нейтрализуют раствором азотной кислоты (ГОСТ 4461) с массовой долей 50 % в присутствии 1—2 капель раствора 2,4-динитрофенола с массовой долей 0,1 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и доводят объем раствора до 15 $см^3$. Далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиево-молибденового комплекса.

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

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг.

Допускается проводить определение визуально.

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

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси фосфатов в результат анализа вносят поправку.

3.8. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. Для этого 2,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 14 см³ воды, прибавляя воду цилиндром, при необходимости фильтруют, далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом в объеме 20 см³, прибавляя 5 см³ раствора азотной кислоты (вместо 1 см³).

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

для препарата химически чистый — 0,006 мг Cl;

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Cl;

для препарата чистый — 0,020 мг Cl,

5 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси хлоридов в результат анализа вносят поправку.

3.9. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. Для этого в тигель, содержащий остаток после прокаливания, полученный по п. 3.4, помещают пипеткой 5 см³ раствора соляной кислоты и нагревают на водяной бане до растворения. Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор 1.

12,5 см³ раствора 1 (соответствуют 5 г препарата) для препарата квалификации химически чистый или 10 см³ раствора 1 ( соответствуют 4 г препарата) для препарата квалификации чистый для анализа и чистый и 10 см³ воды помещают пипетками в мерную колбу вместимостью 50 см³, и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата химически чистый — 0,005 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,008 мг;

для препарата чистый — 0,040 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Допускается проводить определение роданидным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически сульфосалициловым методом.

3.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. Для этого 10,00 г препарата квалификации химически чистый или 5,00 г препарата квалификации чистый для анализа и чистый помещают в колбу или пробирку с притертыми или резиновыми пробками и растворяют в 30 $см^3$ воды.

Далее определение проводят сероводородным методом, не прибавляя раствора уксуснокислого аммония.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая 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,

1 $см^3$ уксусной кислоты, 1 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония и 10 $см^3$ сероводородной воды.

3.5—3.10. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.11. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий

3.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 2(1) $см^3$ с ценой деления 0,01 $см^3$.

Колба Кн-2—100—18 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 10 $см^3$.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации $c$ ($^1/_5$ $KMnO_4$)=0,05 моль/$дм^3$; готовят по ГОСТ 25794.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.11.2. *Проведение анализа*

10 $см^3$ воды помещают в коническую колбу и прибавляют из бюретки раствор марганцовокислого калия до появления розовой окраски.

Через 5 мин в раствор вносят 1,00 г препарата, перемешивают. Если окраска исчезает, дотитровывают раствором марганцовокислого калия до бледнорозовой окраски, устойчивой в течение 5 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.11.3. *Обработка результатов*

Массовую долю веществ (О), восстанавливающих марганцовокислый калий ($X_1$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}0004 \cdot 100}{m},$$

где $V$ — объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0004 — масса кислорода, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,001 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,002 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.12. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336) и растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517). После полного растворения навески измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74.

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

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ±0,1 единицы pH при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.11.3, 3.12. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9.

Группа фасовки: III, IV, V.

На тару наносят классификационный шифр 9163 по ГОСТ 19433.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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 гарантирует соответствие уксуснокислого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Уксуснокислый аммоний может действовать раздражающе на слизистые оболочки верхних дыхательных путей.

6.2. При работе с уксуснокислым аммонием необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты (спецодеждой, респиратором, резиновыми перчатками).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

*ПРИЛОЖЕНИЕ 1*
*Обязательное*

**ИСО 6353-2—83**
**Реактивы для химического анализа. Технические условия. Первая серия**

Р.4. Аммоний уксуснокислый $CH_3COONH_4$

Относительная молекулярная масса — 77,08

Р.4.1. *Технические требования*

Массовая доля уксуснокислого аммония ($CH_3COONH_4$), %, не менее . . . . . 99

pH раствора препарата с массовой долей 5 % . . . . . 6,5—7,5

Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более . . . . . 0,0005

Массовая доля нитратов ($NO_3$), %, не более . . . . . 0,001

Массовая доля сульфатов ($SO_4$), %, не более . . . . . 0,002

Массовая доля меди (Cu), %, не более . . . . . 0,0005

Массовая доля железа (Fe), %, не более . . . . . 0,0005

Массовая доля свинца (Pb), %, не более . . . . . 0,0005

Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более . . . . . 0,01

Р.4.2. *Приготовление испытуемого раствора*

Растворяют 40 г образца в 100 $см^3$ воды (раствор должен быть чистым и бесцветным) и разбавляют до 200 $см^3$.

Р.4.3. *Методы анализа*

Р.4.3.1. *Определение массовой доли уксуснокислого аммония*

1,5 г образца взвешивают с точностью до 0,0001 г и растворяют приблизительно в 20 $см^3$ воды.

К этому раствору прибавляют предварительно нейтрализованную по фенолфталеину смесь раствора формалина с массовой долей 35 % и 25 $см^3$ воды. После выдержки в течение 30 мин прибавляют 0,2 $см^3$ раствора фенолфталеина с массовой долей 1 % и титруют титрованным раствором гидроокиси натрия, *c* (NaOH)=1 моль/$дм^3$, до слабо-розового окрашивания.

1,00 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, *c* (NaOH)=1,000 моль/$дм^3$, соответствует 0,07708 г $CH_3COONH_4$.

Р.4.3.2. *Определение pH раствора с массовой долей 5 %*

pH раствора образца с массовой долей 5 % определяют по ОМ 31.1*, используя стеклянный индикаторный электрод.

Р.4.3.3. *Определение массовой доли хлоридов*

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р.4.2) и проводят анализ по ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 10 $см^3$ хлоридного раствора сравнения II (1 $см^3$=0,0005 % Cl). Раствор сравнения II готовят непосред-

*Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82

ственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.4.3.4. *Определение массовой доли нитратов*

Берут 5 $см^3$ испытуемого раствора (Р.4.2), прибавляют 0,2 $см^3$ раствора бруцина с массовой долей 0,5 % в уксусной кислоте и осторожно прибавляют при охлаждении и перемешивании 10 $см^3$ серной кислоты.

Желтое окрашивание испытуемого раствора не должно быть интенсивнее окраски контрольного раствора, приготовленного с использованием нитратсодержащего раствора сравнения II (1 $см^3$=0,001 % $NO_3$). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,37 г $NaNO_3$ растворяют в воде, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.4.3.5. *Определение массовой доли сульфатов*

Берут 10 $см^3$ испытуемого раствора (Р.4.2) и далее проводят анализ по ОМ 3*.

Готовят контрольный раствор, используя 4 $см^3$ сульфатосодержащего раствора сравнения II (4 $см^3$=0,002 % $SO_4$). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г $K_2SO_4$ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.4.3.6. *Определение массовой доли меди и свинца*

Определение этих элементов проводят атомно-абсорбционным методом по ОМ 29*, используя 30 г образца, при следующих условиях:

| Элемент | Концентрация раствора | Пламя | Резонансная линия, нм |
|---|---|---|---|
| Cu | Испытуемый раствор (Р.4.2) | Воздух-ацетилен | 324,7 |
| Pb | Используют экстракционный растворитель по ОМ 35* | | 217,0 или 283,3 |

Р.4.3.7. *Определение массовой доли железа*

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р.4.2) и применяют ГОСТ 10555 (фенантролиновый метод).

Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ железосодержащего раствора сравнения II (2 $см^3$=0,0005 % Fe). Раствор сравнения II готовят непо-

*Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82

средственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100.

Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ растворяют в 10 см$^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см$^3$ и перемешивают.

Р.4.3.7. *Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов*

Берут 10 г образца и проводят анализ по ОМ 16*.

Масса остатка не должна превышать 1 мг.

*ПРИЛОЖЕНИЕ 2*
*Обязательное*

**ИСО 6353-1—82**
**Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний**

5.31.1. *Определение pH (ОМ 31.1)*

5.31.1.1. *Общие положения*

Рассмотрим гальванический элемент: электрод сравнения — насыщенный раствор KCl — раствор $R/Pt \cdot H_2$. Для буферных растворов $R_1$ и $R_2$ с известными значениями pH — соответственно $pH_{R_1}$ и $pH_{R_2}$, измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно $E_1$ и $E_2$.

Если раствор $R$ в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным pH, то по различию измеренных значений потенциалов можно рассчитать pH исследуемого раствора.

Если все измерения проведены при одинаковой температуре и при неизменной концентрации хлорида калия, pH исследуемого раствора может быть рассчитан по следующим формулам:

$$\frac{E_1 - E_{ис}}{S} + pH_{R_1};$$

$$\frac{E_2 - E_{ис}}{S} + pH_{R_2};$$

*Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1—82

$$S = \left( \frac{mV}{\text{pH}} \right) = \frac{E_1 - E_2}{\text{pH}_{E_1} - \text{pH}_{E_2}},$$

где $E_{ис}$ — электродвижущая сила гальванического элемента с исследуемым раствором;

$S$ — угловой коэффициент.

5.31.1.2. *Аппаратура*

pH-метр со стеклянным (менее применим водородный) электродом, соединенным с милливольтметром с большим сопротивлением и со шкалой, откалиброванной в единицах pH. Такой прибор, регистрируя разность потенциалов между pH-чувствительным электродом (стеклянным, сурьмяным) и электродом сравнения, соединенным электрическим мостиком (например, насыщенный раствор KCl), дает возможность непосредственно считывать со шкалы значение pH.

5.31.1.3. *Калибровка*

pH-метр калибруют, используя растворы с известной активностью ионов водорода, такие как, например:

а) оксалатный буферный раствор;

б) тартратный буферный раствор;

в) фталатный буферный раствор;

г) фосфатный буферный раствор;

д) боратный буферный раствор;

е) буферный раствор гидроксида кальция.

В таблице приведены значения pH перечисленных буферных растворов в интервале температур 15—35 °.

| Температура, °С | pH буферного раствора | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | а | б | в | г | д | е |
| 15 | 1,67 | — | 4,00 | 6,90 | 9,27 | 12,81 |
| 20 | 1,68 | — | 4,00 | 6,88 | 9,22 | 12,63 |
| 25 | 1,68 | 3,56 | 4,01 | 6,86 | 9,18 | 12,45 |
| 30 | 1,69 | 3,55 | 4,01 | 6,85 | 9,14 | 12,30 |
| 35 | 1,69 | 3,55 | 4,02 | 6,84 | 9,10 | 12,14 |

Р.31.1.4. *Методика измерения*

Готовят испытуемый раствор (кроме тех случаев, когда испытуемый раствор — непосредственно сам реактив) заданной концентрации, применяя воду, свободную от двуокиси углерода.

Одновременно готовят два буферных раствора, среднее значение которых примерно равно предполагаемому значению pH испытуемого раствора. Тем-

пературу всех трех растворов, а также ячейки прибора устанавливают равной (25±1) °С.

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед применением буферных растворов. Затем после промывания электрода водой и испытуемым раствором измеряют pH испытуемого раствора.

Для получения точных результатов необходимо повторить измерения с различными порциями испытуемого раствора без промывания электрода между последовательными измерениями до тех пор, пока значение pH не будет сохраняться постоянным по крайней мере в течение 1 мин.

5.2. Определение хлоридов (ОМ 2)

Подкисляют указанный объем раствора 1 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 1 $см^3$ азотнокислого серебра с массовой долей около 1,7 %. Через 2 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.3. Определение сульфатов (ОМ 3)

Смешивают 0,25 $см^3$ раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 30 % с 1 $см^3$ раствора дигидрата бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Точно через 1 мин к этой смеси прибавляют указанный объем испытуемого раствора, который предварительно подкисляют 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %. Через 5 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.29. Атомно-абсорбционная спектрометрия ААС (ОМ 29)

5.29.1. *Общие указания*

Испытуемый образец или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активизируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. *Методика*

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и

беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленных азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляется для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация приводятся в описаниях, относящихся к определяемому конкретному реактиву.

5.16. Определение остатка после прокаливания (ОМ 16)

Помещают указанную навеску в подходящий тигель или посуду, предварительно нагретую в печи, отрегулированной на температуру (650±50) °С в течение 15 мин, охлажденную и взвешенную с точностью до 0,1 мг. Нагревают, медленно поднимая температуру до тех пор, пока навеска не улетучится полностью или не обуглится, избегая возгорания органических продуктов. Охлаждают, прибавляют 0,25 $см^3$ раствора серной кислоты к остатку и продолжают слабое нагревание до полного исчезновения паров серной кислоты. Затем нагревают посуду и остаток в печи, отрегулированной на температуру (650±50) °С, в течение 15 мин (если не оговорено иначе), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Примечание. Может оказаться более удобным испарять и обугливать большие навески несколькими последовательными порциями.

*ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2.* **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

**Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова, И.Л. Ротенберг, Л.В. Кидиярова, Т.К. Палдина**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.02.78 № 421**

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 3117—68**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|---|
| ГОСТ 1625—89 | 3.2.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 3.2.1; 3.3.1 |
| ГОСТ 3885—73 | 2.1; 3.1; 4.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 3.2.1 |
| ГОСТ 4461—77 | 3.7 |
| ГОСТ 4517—87 | 3.2.1; 3.12 |
| ГОСТ 4919.1—77 | 3.2.1; 3.6; 3.7 |
| ГОСТ 6563—75 | 3.3.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 3.3.1; 3.4; 3.11.1 |
| ГОСТ 10555—75 | 3.9; приложение 1 |
| ГОСТ 10671.2—74 | 3.5 |
| ГОСТ 10671.5—74 | 3.6 |
| ГОСТ 10671.6—74 | 3.7 |
| ГОСТ 10671.7—74 | 3.8 |
| ГОСТ 17319—76 | 3.10 |
| ГОСТ 18300—87 | 3.2.1 |
| ГОСТ 19433—88 | 4.1 |
| ГОСТ 20490—75 | 3.11.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 3.2.1; 3.3.1; 3.11.1; 3.12 |
| ГОСТ 25794.1—83 | 3.2.1 |
| ГОСТ 25794.3—83 | 3.11.1 |
| ГОСТ 27025—86 | 3.1а |
| ГОСТ 27184—86 | 3.4 |

**5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 20.10.92 № 1419**

**6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в мае 1988 г., октябре 1992 г. (ИУС 8—88, 1—93)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.05.97. Подписано в печать 17.06.97.
Усл.печ.л. 1,16. Уч.-изд.л. 1,07. Тираж 212 экз. С597. Зак. 434.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru