ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ БРОМНОВАТО-КИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4457—74

Издание официальное

БЗ 5—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.32'145-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КАЛИЙ БРОМНОВАТО-КИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4457—74

Reagents.
Potassium bromate.
Specifications

ОКП 26 2113 0160 10

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на бромновато-кислый калий, представляющий собой бесцветные кристаллы или белый кристаллический порошок. Растворим в воде, трудно растворим в спирте.

Формула $KBrO_3$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 167,00.

Допускается изготовление бромновато-кислого калия по ИСО 6353/3—87 (Р. 75) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Бромновато-кислый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. По физико-химическим показателям бромновато-кислый калий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1974

© Издательство стандартов, 1993

Переиздание с изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2113 0163 07	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2113 0162 08	Чистый (ч.) ОКП 25 2113 0161 09
1. Массовая доля бромновато-кислого калия ($KBrO_3$), %, не менее	99	99	99
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,002	Не нормируется
4. Массовая доля бромидов (Br), %, не более	0,005	0,020	0,040
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,003	0,005	0,010
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,03	0,05	0,10
7 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0005	0,0010
9. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,01	0,025	Не нормируется
10. pH раствора препарата с массовой долей 5%	5—9	5—9	5—9

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Бромновато-кислый калий действует раздражающе и прижигающе на кожу и слизистые оболочки. Кроме того, он является сильным окислителем, в смеси с легко окисляющимися веществами может воспламеняться, взрывается при ударе.

2а.2. Помещения, в которых работают с продуктом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией, в местах наибольшего пыления необходимо предусмотреть местные отсосы. Анализ продукта следует проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.3. При работе с продуктом применяют индивидуальные средства защиты.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2а.4. **(Исключен, Изм. № 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовую долю общего азота, бромидов, сульфатов, тяжелых металлов и натрия изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании используют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г, ВЛКТ-500 г-М и ВЛР-1 кг или ВЛЭ-200 г.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней отобранной пробы должна быть не менее 280 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Определение массовой доли бромноватокислого калия

3.2.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

бюретка вместимостью 50 $см^3$, ценой деления 0,1 $см^3$;

колба Кн-1—250—19/26 (24/29) ХС по ГОСТ 25336—82;

пипетка градуированная вместимостью 5 или 10 $см^3$;

цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770–74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 30%, свежеприготовленный;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25%; готовят по ГОСТ 4517—87;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5%; готовят по ГОСТ 4919.1—77;

натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор молярной концентрации $с$ ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,1000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора йодистого калия, 10 см³ раствора соляной кислоты, 50—75 см³ воды и быстро закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия. Раствор перемешивают и оставляют на 10 мин в темном месте. Затем пробку и стенки колбы смывают водой и титруют выделившийся йод из бюретки раствором 5-водного серноватисто-кислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

Одновременно проводят контрольное титрование применяемых реактивов в условиях определения.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю бромновато-кислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}002783 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора 5-водного серноватисто-кислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора 5-водного серноватисто-кислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

0,002783 — масса бромновато-кислого калия, соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватисто-кислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,6% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.2.2; 3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

стакан В (Н)-1—1000 по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1—1000(500)—2 или мензурка 1000 (500) по ГОСТ 1770—74.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата х. ч. и ч. д. а. или 25,00 г препарата ч. помещают в стакан и растворяют при нагревании: х. ч. и ч. д. а. в 800 см³ воды и ч. в 400 см³ воды.

Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают раствор на водяной бане в течение 1 ч и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ 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 — 1,0 мг,

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 35% для препарата х. ч., 30% для препарата ч. д. а. и 20% для препарата ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±50% для препарата х. ч., ±25% для препарата ч. д. а. и ±15% для препарата ч. при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4–74. При этом 1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией, растворяют в воде и далее определение проводят в объеме 50 см³ фотометрическим или визуально-колориметрическим (для препарата ч. д. а.) методом, прибавляя 20 см³ раствора гидроокиси натрия вместо 5 см³.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота в препарате ч. д. а. анализ проводят фотометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.5. Определение массовой доли бромидов

3.5.1. *Реактивы, растворы и посуда*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота серная по ГОСТ 4204—77;
раствор, содержащий Br; готовят по ГОСТ 4212—76;
колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82;
пипетка градуированная вместимостью 2 см³;
пробирка П1—30—250 по ГОСТ 25336—82;
цилиндр 1 (3)—100—2 по ГОСТ 1770—74.
(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.5.2. *Проведение анализа*

6,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют при нагревании в 90 см³ воды, охлаждают и переносят в пробирку, прибавляют 0,5 см³ серной кислоты, перемешивают и закрывают пробкой.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора, наблюдаемая через 20 мин на фоне молочного стекла по оси пробирки, не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,25 мг Br,
для препарата чистый для анализа — 1,00 мг Br,
для препарата чистый — 2,00 мг Br,
0,5 см³ серной кислоты и 1,00 г препарата.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в выпарительную чашку 2 (ГОСТ 9147—80), прибавляют 1 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83—79) с массовой долей 1% и 6 см³ воды, и осторожно, по каплям, 5 см³ концентрированной соляной кислоты.

После прекращения бурной реакции раствор выпаривают на водяной бане досуха. Остаток 20 см³ воды количественно переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³) и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой. Затем прибавляют 2—3 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и, если раствор бесцветный, то нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) с массовой долей 5%, прибавляя его по каплям до появления желтой окраски, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата химически чистый — 0,03 мг;
для препарата чистый для анализа — 0,05 мг;

для препарата чистый — 0,10 мг.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 0,50 г препарата помещают в мерную колбу (ГОСТ 1770—74) вместимостью 100 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см³ полученного раствора (соответствуют 0,05 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу (ГОСТ 25336—82) вместимостью 100 см³, прибавляют 20 см³ воды и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 2).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора, наблюдаемая через 20 мин на темном фоне, не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,015 мг Cl;

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг Cl;

для препарата чистый — 0,050 мг Cl, 2 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотно-кислого серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.7.1; 3.7.2. **(Исключены, Изм. № 2).**

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом. 1,00 г препарата помещают в выпарительную чашку *2* (ГОСТ 9147—80), прибавляют 3 см³ воды, перемешивают и осторожно, по каплям, добавляют 2,5 см³ концентрированной соляной кислоты. После прекращения бурной реакции выпарительную чашку с анализируемым раствором помещают на водяную баню и выпаривают раствор досуха. Содержимое чашки охлаждают, прибавляют 2,5 см³ концентрированной соляной кислоты и снова выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 1 см³ раствора соляной кислоты и 20 см³ воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Затем раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 см³ раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки, снова перемешивают и через 10 мин фотометрируют.

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

для препарата химически чистый — 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,
для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массу железа в применяемом количестве соляной кислоты, определяемую контрольным опытом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76 тиоацетамидным методом. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и растворяют при нагревании в 30 см³ воды. К охлажденному раствору прибавляют при перемешивании 1,5 см³ раствора 4-водного винно-кислого калия-натрия (вместо 1 см³), 3 см³ раствора гидроокиси натрия (вместо 2 см³) и 1,5 см³ раствора тиоацетамида (вместо 1 см³). Определение проводят визуально-колориметрически.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора, наблюдаемая через 10 мин на фоне молочного стекла, 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 — 0,010 мг Pb.
для препарата чистый — 0,020 мг Pb,

1,5 см³ раствора 4-водного винно-кислого калия-натрия, 3 см³ раствора гидроокиси натрия, 1,5 см³ раствора тиоацетамида.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.10. Определение массовой доли натрия

3.10.1. *Приборы, аппаратура, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75;

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

пропан-бутан;

горелка;

распылитель;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная;

колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74;

пипетка градуированная вместимостью 5 или 10 см³;

цилиндр 1(3)—25(50)—2 по ГОСТ 1770—74;

раствор, содержащий натрий; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³ натрия — раствор *А*.

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

3.10.2. *Приготовление растворов сравнения*

В четыре мерные колбы помещают по 20 см³ воды и указанные в табл. 2 объемы раствора *А*. Растворы перемешивают, доводят объемы их водой до метки и снова перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см³	Масса натрия, введенная в 100 см³ раствора сравнения, мг	Массовая доля натрия в пересчете на препарат, %
1	0,5	0,05	0,005
2	1,0	0,10	0,010
3	2,0	0,20	0,020
4	2,5	0,25	0,025

3.10.1, 3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3.10.3. *Проведение анализа*

Приготовление анализируемых растворов

1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, перемешивают, доводят объем водой до метки и снова перемешивают.

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na—589,0—589,6 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен — воздух, при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примеси натрия.

Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примеси, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого измерения распыляют воду.

3.10.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения по оси ординат, массовую долю примеси натрия в процентах в пересчете на препарат — по оси абсцисс.

Массовую долю натрия в процентах в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10% при доверительной вероятности $P=0,95$

3.10.3; 3.10.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.11. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5%

5,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), растворяют при нагревании в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), охлаждают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 со стеклянным электродом.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 11—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI и VII.

На тару наносят манипуляционные знаки по ГОСТ 14192—77 и знаки опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112, серийный номер ООН 1484).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта. Железнодорожным транспортом продукт перевозят повагонными и мелкими отправками в крытых вагонах и универсальных контейнерах МПС.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие бромновато-кислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353/3—87 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ЧАСТЬ 3. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ. ВТОРАЯ СЕРИЯ»

Р.75 Калий бромновато-кислый $KBrO_3$

Относительная молекулярная масса 167,01.

Р.75.1. Технические требования

Массовая доля бромновато-кислого калия ($KBrO_3$), %, не менее	99,7
pH раствора препарата с массовой долей 5%	5—9
Массовая доля бромидов (Br), %, не более	0,02
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001
Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005
Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,01

Р.75.2. Приготовление испытуемых растворов

Р.75.2.1. *Испытуемый раствор I*

10 г препарата растворяют в воде и разбавляют до 200 см³ (раствор должен быть прозрачным и бесцветным).

Р.75.2.2. *Испытуемый раствор II*

2 г препарата упаривают дважды с 10 см³ соляной кислоты. Остаток растворяют в 1 см³ соляной кислоты и 20 см³ воды, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25% и разбавляют до 30 см³ водой.

Р.75.3. Методы анализа

Р.75.3.1. *Определение массовой доли бромновато-кислого калия*

Около 0,1000 г препарата взвешивают и растворяют в 50 см³ воды. К этому раствору прибавляют 2 г йодида калия и 5 см³ раствора серной кислоты с мас-

совой долей 16%. Через 10 мин выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм³), добавляя в конце титрования раствор крахмала.

1,00 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = = 0,100 моль/дм³ соответствует 0,0027835 г $KBrO_3$.

Р 75.3.2. *Определение pH раствора препарата с массовой долей 5%*

pH раствора препарата с массовой долей 5% определяют в соответствии с ОМ 31.1*.

Р.75.3.3. *Определение массовой доли бромидов*

5 г препарата растворяют в 60 см³ воды и добавляют 0,5 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 4,9%.

Интенсивность желтой окраски раствора спустя 1 ч не должна превышать интенсивность окраски контрольного раствора, приготовленного аналогичным образом с использованием 2 г препарата и 6 см³ бромидсодержащего раствора сравнения I (6 см³=0,02% Br).

Бромидсодержащий раствор сравнения I готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:10. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,49 г KBr растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р 75.3.4. *Определение массовой доли сульфатов*

15 см³ испытуемого раствора II (Р.75.2.2) анализируют в соответствии с ОМ 3*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см³ сульфатного раствора сравнения II (5 см³=0,005% SO_4).

Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения 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 см³ и перемешивают.

Р 75.3.5. *Определение массовой доли общего азота*

20 см³ испытуемого раствора I (Р.75.2.1) разбавляют до 140 см³ водой и анализируют в соответствии с ОМ 6*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ азотсодержащего раствора сравнения II (1 см³=0,001% N).

Азотсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 6,07 г $NaNO_2$ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р 75.3.6. *Определение массовой доли тяжелых металлов*

15 см³ испытуемого раствора II (Р.75.2.2) анализируют в соответствии с ОМ 7*.

Готовят контрольный раствор, используя 0,5 см³ свинецсодержащего раствора сравнения II (0,5 см³=0,0005% Pb).

Свинецсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: к 1,60 г $Pb(NO_3)_2$ добавляют 1 см³ HNO_3, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

---

* Общие методы анализа (ОМ) – по ИСО 6353/1—82.

Р.75.3.7. *Определение массовой доли железа*

20 см³ испытуемого раствора 1 (Р.75.2.1) смешивают с 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 10% и 3 см³ раствора аммиака с массовой долей 25%.

Интенсивность желтой окраски анализируемого раствора спустя 10 мин не должна превышать интенсивность окраски контрольного раствора, приготовленного аналогичным образом с использованием 0,5 см³ железосодержащего раствора сравнения II (0,5 см³=0,0005% Fe).

Железосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: к 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ добавляют 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 25%, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.75.3.8. *Определение массовой доли натрия*

Определение проводят методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Na	4	Кислород-ацетилен	589,0

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353/1—82 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. ЧАСТЬ I. ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ» (ОМ)

5.3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

0,25 см³ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02% в этиловом спирте с объемной долей 30% смешивают с 1 см³ раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25% (затравочный раствор). Точно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем испытуемого раствора, предварительно подкисленного 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20%.

Смесь отстаивают в течение 5 мин и сравнивают ее помутнение с помутнением смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему испытуемого раствора, разбавленному при необходимости до объема 140 см³ в приборе Кьельдаля, состоящего из колбы Кьельдаля и прибора для перегонки, добавляют 5 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32% и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Смесь отстаивают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см³ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5%, добавляют 3 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32%, 2 см³ реактива Несслера и разбавляют водой до объема 100 см³.

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

Сравнивают интенсивность желтой окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.7. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Pb) (ОМ 7)

К указанному объему испытуемого раствора добавляют 0,2 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30% и насыщают раствор сероводородом или добавляют соответствующий объем водного раствора сероводорода.

Сравнивают интенсивность коричневой окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

5.30.1. *Общие указания*

Этот метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью подходящей фотометрической системы либо с монохроматором, либо с фильтрами.

Примечание. Могут быть использованы отличные от указанных в описаниях смеси газов для пламени, при этом может возникнуть необходимость соответственно изменить рекомендованные в этих же описаниях концентрации растворов.

5.30.2. *Методика анализа*

Методика анализа сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии и здесь также можно дать лишь общие указания. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реактива.

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 одной и той же температуре и при неизменной концентрации раствора хлорида калия, pH исследуемого раствора может быть рассчитан по следующим формулам:

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

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

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

S — угловой коэффициент:

$$S_T = \left(\frac{\Delta E}{\Delta pH}\right) = \frac{E_1 - E_2}{pH_{R_1} - pH_{R_2}}.$$

5.31.1.2 *Аппаратура*

pH-метр со стеклянным 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 электролитическим мостиком (например насыщенный раствор KCl), дает возможность непосредственно считывать со шкалы значения pH.

5.31.1.3. *Калибровка*

pH-метр калибруют, используя подходящие буферные растворы с известной активностью ионов водорода, 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 табл. 3 приведены значения pH вышеперечисленных буферных растворов в интервале температур 15—35°С.

Таблица 3

Температура, °С	pH буферных растворов					
	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

5.31.1.4. *Методика*

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

Одновременно готовят два буферных раствора, среднее значение pH которых примерно равно предполагаемому значению pH анализируемого раствора. Температуру всех трех растворов, а также ячейки прибора устанавливают равной (25±1)°С.

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед измерением буферным раствором. Затем после промывания электрода водой и анализируемым раствором измеряют pH анализируемого раствора.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина, Л. З. Климова, Л. В. Кидиярова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16.04.74 № 896.
Стандарт предусматривает прямое применение разд. 75 международного стандарта ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа. Часть 3. Технические условия. Вторая серия» и международного стандарта ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

3. **Срек проверки — 1997 г., периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 4457—65**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.6
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.5.1, 3.7, 3.10.1
ГОСТ 3118—77	3.2.1
ГОСТ 3760—79	3.6
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4204—77	3.5.1
ГОСТ 4212—76	3.5.1, 3.10.1
ГОСТ 4232—74	3.2.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.11
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1, 3.6
ГОСТ 5457—75	3.10.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3.1, 3.5.1, 3.10.1
ГОСТ 9147—80	3.6, 3.8
ГОСТ 10163—76	3.2.1
ГОСТ 10555—75	3.8
ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 10671.5—74	3.6
ГОСТ 10671.7—74	3.7
ГОСТ 14192—77	4.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 17319—76	3.9
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.5.1, 3.7, 3.11
ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27068—86	3.2.1
ИСО 6353/1—82	Вводная часть, приложение 2
ИСО 6353/3—87	Вводная часть, приложение 1

6. Проверен в 1992 г. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта России от 20.05.92 № 495

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1984 г., декабре 1989 г., мае 1992 г. (ИУС 1—85, 2—90, 8—92)

Редактор *Т. С Шеко*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в набор 11.05.93. Подп. в печ. 23.08.93. Усл. печ. л. 1,16. Усл. кр.-отт. 1,16. Уч. изд. л. 1.20. Тир. 872 экз. С 525.

Ор ательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6. Зак. 319

gost.e-ecolog.ru