ГОСТ 4328—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

НАТРИЯ ГИДРООКИСЬ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.33—36—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

НАТРИЯ ГИДРООКИСЬ

Технические условия

ГОСТ 4328—77

Reagents. Sodium hydroxide. Specifications

ОКП 26 1142 0080 04

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на реактив — гидроокись натрия, который представляет собой белые чешуйки, куски или цилиндрические палочки с кристаллической структурой на изломе; сильно гигроскопичен, хорошо растворим в воде и спирте; быстро поглощает из воздуха углекислоту и воду и постепенно переходит в углекислый натрий.

Формула NaOH.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 40,00.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Гидроокись натрия должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям гидроокись натрия должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 1142 0083 01	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1142 0082 02	Чистый (ч.) ОКП 26 1142 0081 03
1. Массовая доля гидроокиси натрия (NaOH), %, не менее	99	98	97
2. Массовая доля углекислого натрия (Na_2CO_3), %, не более	0,8	1,0	1,5
3. Массовая доля общего азота, %, не более	0,0003	0,0005	0,0010
4. Массовая доля кремнекислоты (SiO_2), %, не более	0,002	0,002	0,020
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,0005	0,0050	0,0200
6. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,0030	0,0100

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 2001

Окончание табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 1142 0083 01	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1142 0082 02	Чистый (ч.) ОКП 26 1142 0081 03
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0025	0,0050	0,0250
8. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,0005	0,0010	0,0100
9. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
10. Массовая доля кальция и магния в пересчете на Mg, %, не более	0,005	0,024	0,060
11. Массовая доля калия (K), %, не более	0,01	Не нормируется	
12. Массовая доля тяжелых металлов (Ag), %, не более	0,0005	0,0010	0,0030
13. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00004	Не нормируется	

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Определение массовых долей общего азота, алюминия и тяжелых металлов изготовитель проводит периодически в каждой 20-й партии, определение массовых долей калия и мышьяка — по требованию потребителя.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При выполнении операций взвешивания применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

Допускается применение импортной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже установленных настоящим стандартом.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 650 г.

3.2. Для проведения анализа готовят раствор препарата следующим образом: 50,00 г препарата помещают в фарфоровый стакан 5 (3.4) (ГОСТ 9147) и растворяют в дистиллированной воде, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517). Раствор переносят в мерную колбу 2—500—2 (ГОСТ 1770), после охлаждения доводят объем раствора той же водой до метки и перемешивают (раствор 1).

Раствор 1 хранят в полиэтиленовой посуде.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. Определение массовой доли гидроокиси натрия и углекислого натрия

3.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретки 1 (2)—2—50—0,1 и 1 (2)—2—5—0,02 по НТД.

Колба Кн-1—250—24/29 ТХС или Кн-1—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—2—10 и 6—2—5 по НТД.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20 %.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118; растворы концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и c (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый оранжевый, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

3.3.2. *Проведение анализа*

10 см³ раствора (соответствуют 1 г препарата) пипеткой 2—2—10 помещают в колбу, содержащую 90 см³ воды. К раствору прибавляют 2,5 см³ раствора хлористого бария, быстро закрывают колбу пробкой, перемешивают ее содержимое и оставляют в покое. Через 5 мин к раствору прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки 1 (2)—2—50—0,1 раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ до обесцвечивания раствора. Затем к раствору прибавляют 2 капли раствора метилового оранжевого и титруют при энергичном перемешивании из бюретки 1 (2)—2—5—0,02 раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ до перехода желтой окраски раствора в оранжевую.

3.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю гидроокиси натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = V \cdot 0{,}04000 \cdot 100,$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование в присутствии фенолфталеина, см³;

0,04000 — масса гидроокиси натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, г.

Массовую долю углекислого натрия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = V_1 \cdot 0{,}0053 \cdot 100,$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в присутствии метилового оранжевого, см³;

0,0053 — масса углекислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

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

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

За результат анализа углекислого натрия принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 % для препаратов х. ч. и ч. д. а. и 10 % — для ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±15 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.4. Определение массовой доли общего азота

3,30 г препарата х. ч. или 4,00 г препарата ч. д. а. и ч. осторожно помещают в колбу К-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336), содержащую 40 см³ воды, перемешивают и растворяют при охлаждении. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.4 фотометрическим методом, прибавляя раствор гидроокиси натрия до прибавления сплава Деварда. 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;

для препарата чистый — 0,04 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 % для препаратов х. ч. и ч. д. а., 10 % — для ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % для препарата х. ч., ±15 % — для ч. д. а., ±10 % — для ч. при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.5. Определение массовой доли кремнекислоты

Определение проводят по ГОСТ 10671.1. При этом 0,50 г препарата х. ч. и ч. д. а. или 0,20 г препарата ч. взвешивают в платиновой чашке № 118—3 (ГОСТ 6563) или чашке из стеклоуглерода,

или полиэтиленовом стакане, растворяют в 10 см³ воды, прибавляют 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола и осторожно нейтрализуют раствором серной кислоты с массовой долей 20 %. Раствор охлаждают, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), доводят объем раствора водой до 20 см³ и далее определение проводят по способу 1 или раствор переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³) и далее определение проводят по способу 2.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг;

для препарата чистый — 0,04 мг.

Одновременно проводят контрольный опыт, определяя массовую долю кремнекислоты в серной кислоте, для чего раствор серной кислоты в объеме, применяемом для нейтрализации, помещают в платиновую чашку — 118—3, прибавляют 0,1 см³ раствора борной кислоты (ГОСТ 9656) с массовой долей 1 %, 0,1 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83) с массовой долей 1 %.

Раствор углекислого натрия хранят в полиэтиленовой посуде. Содержимое чашки выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 5 см³ раствора углекислого натрия, нагревают на водяной бане 15 мин, прибавляя воду по мере выпаривания. Раствор нейтрализуют по *п*-нитрофенолу раствором серной кислоты и далее определение проводят по способу 1 или 2. При обнаружении кремнекислоты в результаты анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли кремнекислоты анализ проводят по способу 1.

За результат анализа по способу 1 принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 15 % для препаратов х. ч. и ч. д. а., 10 % — для ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±15 % для препаратов х. ч. и ч. д. а., ±10 % — для ч. при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.6. Определение массовой доли сульфатов

20,00 г препарата осторожно, небольшими порциями, при перемешивании и охлаждении помещают в стакан Н—1—100 ТХС (ГОСТ 25336), содержащий 25 см³ воды, и перемешивают до полного растворения препарата. Раствор осторожно переносят в колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см³ полученного раствора (соответствуют 4 г препарата) для препарата х. ч., 2,5 см³ раствора (соответствуют 1 г препарата) для препарата ч. д. а. или 1 см³ раствора (соответствует 0,4 г препарата) для препарата ч. пипеткой 6 (7)—2—10 (по НТД), помещают в колбу Кн-2—50—22 ТХС (ГОСТ 25336), нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % по *п*-нитрофенолу при охлаждении, доводят с помощью цилиндра 1—25 (ГОСТ 1770) объем раствора водой до 25 см³, перемешивают и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5 фототурбидиметрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать для препарата х. ч. 0,02 мг, для препарата ч. д. а. — 0,05 мг, для препарата ч. — 0,08 мг.

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 ±20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.7. Определение массовой доли фосфатов

2,00 г препарата х. ч. или 1,00 г препарата ч. д. а. и ч. помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 4 см³ воды и нейтрализуют в присутствии 1—2 капель раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % раствором азотной кислоты. Раствор охлаждают, доводят объем водой до 15 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 10671.6 фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденовокислого комплекса.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,03 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт,

определяя массовую долю фосфатов в применяемом для нейтрализации количестве раствора азотной кислоты и при их обнаружении в результат анализа вводят поправку.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25 % для препаратов х. ч., 15 % — для ч. д. а. и 10 % — для ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ± 30 % для препарата х. ч., ± 15 % — для ч. д. а. и ± 10 % — для ч., при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1.—3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8. Определение массовой доли хлоридов

3.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 6 (7)—2—5 и 6 (7)—2—10 по НТД.

Фотоэлектроколориметр КФК-2, имеющий светофильтр с максимумом поглощения (400±10) нм, или прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 25 %.

п-Нитрофенол; готовят по ГОСТ 4919.1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Раствор, содержащий хлориды; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации хлоридов 0,010 мг/см³.

3.8.2. *Построение градуировочного графика*

Готовят растворы сравнения. Для этого в колбы помещают пипеткой 6 (7)—2—5 растворы, содержащие 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг Cl, доводят пипеткой объемы растворов водой до 15 см³ и перемешивают. Одновременно готовят раствор, не содержащий Cl.

В каждый раствор прибавляют пипеткой 6 (7)—2—5 по 1 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора сравнения по отношению к раствору, не содержащему Cl, при длине волны (400±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность — масса хлоридов, в миллиграммах.

3.8.3. *Проведение анализа*

4 см³ раствора 1 (соответствуют 0,4 г препарата) для препаратов х. ч. и ч. д. а. или 2 см³ раствора 1 (соответствуют 0,2 г препарата) для препарата ч. пипеткой 6 (7)—2—5 помещают в колбу, прибавляют пипеткой 5 см³ воды, 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола и осторожно нейтрализуют раствором азотной кислоты. Раствор охлаждают, прибавляют пипеткой 6 (7)—2—5 1 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Одновременно готовят контрольные растворы, не добавляя 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к соответствующему контрольному раствору в условиях построения градуировочного графика.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40 % для препарата х. ч., 10 % — для ч. д. а. и ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % для препарата х. ч. и ±10 % — для ч. д. а. и ч. при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.8.1—3.8.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.9. Определение массовой доли алюминия

3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колбы Кн-2—50—18(34) ТХС и Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 6 (7)—2—5(10) и 4 (5)—2—1(2) по НТД.

Цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770.

Алюминон, раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный не менее чем за 1 ч до определения; годен в течение 5 суток.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770, раствор готовят следующим образом: 20 г углекислого аммония помещают в колбу Кн-2—250—34 ТХС (с меткой на 100 см³), прибавляют 20 см³ аммиака, 40 см³ воды, растворяют при слабом нагревании, доводят объем раствора водой до 100 см³ и перемешивают.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 20 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 30 %.

Раствор, содержащий Al; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим последовательным разбавлением водой готовят растворы, содержащие 0,010 мг/см³ Al и 0,001 мг/см³ Al.

3.9.2. *Проведение анализа*

10 см³ раствора 1 (соответствуют 1 г препарата) пипеткой 6 (7)—2—10 помещают в колбу Кн-2—50—18(34), прибавляют при перемешивании 10 см³ раствора уксусной кислоты, 5 см³ раствора уксуснокислого аммония, 1 см³ раствора алюминона и перемешивают. Через 5 мин осторожно, при перемешивании, прибавляют 10 см³ раствора углекислого аммония.

Одновременно готовят растворы сравнения следующим образом: к 15 см³ воды, содержащим для препарата х. ч. 0,0025 мг, 0,0050 мг, 0,0075 мг Al, для препарата ч. д. а. — 0,0050 мг, 0,0100 мг, 0,0150 мг Al, для препарата ч. — 0,050 мг, 0,100 мг, 0,150 мг Al, прибавляют 5 см³ раствора уксусной кислоты, 5 см³ уксуснокислого аммония и 1 см³ раствора алюминона. Через 5 мин прибавляют 10 см³ углекислого аммония и перемешивают.

Растворы должны иметь градацию по интенсивности окраски.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска каждого из двух параллельно анализируемых растворов не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,005 мг Al,

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

для препарата чистый — 0,10 мг Al.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.10. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 20 см³ раствора 1 (соответствуют 2 г препарата) пипеткой 6 (7)—2—25 (по НТД) помещают в колбу Кн-2—100—34 ТХС (ГОСТ 25336), осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумаге (проба на вынос) раствором соляной кислоты, прибавляют 1 см³ избытка той же кислоты и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770) и далее определение проводят фотометрически сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

Одновременно в тех условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт определения массовой доли железа в применяемом для нейтрализации количестве раствора соляной кислоты, после выпаривания досуха соляной кислоты. При обнаружении железа в результат анализа вводят поправку.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 % для препарата х. ч., 10 % — для ч. д. а. и ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % для препарата х. ч., ±10 % — для ч. д. а. и ч.

3.9.1—3.10. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.11. Определение массовой доли кальция и магния в пересчете на Mg

3.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1 (2)—2—1—0,01 или 6—2—1 по НТД.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 6 (7)—2—25, 6 (7)—2—5 и 4 (5)—2—1 (2) по НТД.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.

Бумага лакмусовая.

Буферный раствор pH 9,5—10; готовят по ГОСТ 10398.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 М); готовят по ГОСТ 10398.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %.

Раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением водой готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см³ Mg.

1-[(1-Окси-2-нафтил)-азо]-6-нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты натриевая соль (эриохром черный Т); индикаторная смесь; готовят по ГОСТ 4919.1.

3.11.2. *Проведение анализа*

20 см³ раствора 1 (соответствует 2 г препарата) помещают пипеткой 6 (7)—2—25 в коническую колбу, прибавляют 75 см³ воды и нейтрализуют по лакмусовой бумаге раствором соляной кислоты, прибавляя ее из пипетки 4 (5)—2—1 (2). Объем соляной кислоты, пошедший на нейтрализацию, записывают.

Затем к раствору прибавляют при перемешивании 1 см³ раствора, содержащего 0,1 мг Mg, 5 см³ буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

Одновременно титруют контрольный раствор, содержащий в таком же объеме 5 см³ буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси и 1 см³ раствора, содержащего 0,1 мг Mg.

3.11.3. *Обработка результатов*

Массовую долю суммы кальция и магния в пересчете на Mg (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}000243 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,000243 — масса магния, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм³.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт определения массовой доли кальция и магния в применяемом для нейтрализации объеме соляной кислоты, после выпаривания досуха соляной кислоты и при их обнаружении в результат анализа вводят поправку.

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.

3.11.1—3.11.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.12. Определение массовой доли калия

3.12.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичную чувствительность и точность.

Пропан-бутан (в баллоне).

Горелка.

Распылитель.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Раствор, содержащий К; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,1 мг/см³ К — раствор А.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 6 (7)—2—5 по НТД.

Стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770.

Все исходные растворы и растворы сравнения хранят в кварцевой или полиэтиленовой посуде. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.12.2. *Подготовка к анализу*

3.12.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

1,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 30 см³ воды. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.12.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

10,00 г гидроокиси натрия, не содержащей калия или с известным содержанием, установленным методом добавок, помещают в стакан, растворяют в воде, охлаждают и переносят в мерную колбу. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают — раствор Б.

В пять мерных колб помещают по 20 см³ воды и добавляют указанные в табл. 2 объемы растворов А и Б.

Таблица 2

Номер раствора	Объем раствора, см³		Масса калия, введенного в 100 см3 раствора сравнения, мг	Массовая доля калия в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
	А	Б		
1	—	10	—	—
2	0,5	10	0,05	0,005
3	1,0	10	0,10	0,010
4	1,5	10	0,15	0,015
5	2,0	10	0,20	0,020

Объем каждого раствора доводят водой до 100 см³ и тщательно перемешивают.

3.12.2.1; 3.12.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.12.3. *Проведение анализа*

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий К 766,5 нм, возбуждаемых в пламени пропан-бутан-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 содержания примеси калия. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примеси калия, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого замера распыляют воду.

3.12.4. *Обработка результатов*

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

Массовую долю калия в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля калия не будет превышать допускаемой нормы.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

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

3.13. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 20 см³ раствора 1 (соответствуют 2 г препарата) для препарата х. ч., 10 см³ (соответствуют 1 г препарата) для препарата ч. д. а. пипеткой 6 (7)—2—25 (по НТД) и 3,3 см³ (соответствуют 0,33 г препарата) для препарата ч. пипеткой 6 (7)—2—5 (по НТД) помещают в колбу Кн-2—50—22 ТХС (ГОСТ 25336) (с меткой на 30 см³).

Растворы осторожно нейтрализуют при охлаждении раствором соляной кислоты с массовой

долей 25 % (ГОСТ 3118), х. ч. до исчезновения розовой окраски раствора в присутствии 1—2 капель спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 1 % (готовят по ГОСТ 4919.1), доводят объемы растворов водой до меток и перемешивают. Далее определение проводят сероводородным методом, используя для приготовления растворов сравнения раствор, содержащий Ag (готовят по ГОСТ 4212). Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,010 мг/см³ Ag.

Одновременно с анализируемыми растворами в таком же объеме готовят растворы сравнения, содержащие 0,005 мг; 0,010 мг; 0,020 мг Ag.

Растворы сравнения должны иметь четкую градацию по интенсивности окраски.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска каждого из двух параллельно анализируемых растворов не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего для препарата х. ч., ч. д. а. и ч. 0,01 мг Ag, 1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония и 10 см³ сероводородной воды.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±50 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.14. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 2,50 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка и растворяют в 10 см³ воды. Раствор осторожно при перемешивании нейтрализуют раствором серной кислоты с массовой долей 20 % в присутствии 1—2 капель спиртового раствора фенолфталеина (готовят по ГОСТ 4919.1) с массовой долей 1 %. Объем раствора после охлаждения доводят водой до 30 см³, перемешивают и далее определение проводят визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде.

Одновременно с двумя параллельно анализируемыми растворами таким же образом в таком же объеме готовят растворы сравнения, содержащие 0,0005 мг, 0,0010 мг и 0,0015 мг As, 20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора 2-водного двухлористого олова и 5 г цинка.

Окраска бромнортутной бумаги от растворов сравнения должна иметь четкую градацию.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумаги от каждого из двух параллельно анализируемых растворов не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора сравнения, содержащего для препарата х. ч. 0,0010 мг As.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.12.4—3.14. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—4, 2—9.

Группа фасовки: IV, V, VI не более 3 кг.

Для продукта, применяемого в качестве технологического сырья, допускается, по согласованию с потребителем, использование вида и типа тары: 6—1, 11—1 (не более 45 кг) (герметизируют сваривание).

На тару должен быть нанесен знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.2).

(Измененная редакция, Изм. № 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 гидроокиси натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — шесть месяцев со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Гидроокись натрия в виде раствора и пыли действует прижигающе на кожные покровы и слизистые оболочки.

Гидроокись натрия по степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007. Предельно допустимая концентрация аэрозоля гидроокиси натрия в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) — 0,5 мг/м^3.

При концентрации выше допустимой гидроокись натрия может вызывать ожоги и хронические заболевания кожных покровов. Особенно опасно попадание ее в глаза.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

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

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 13.06.2001. Подписано в печать 10.07.2001. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,30. Тираж 270 экз. С 1413. Зак. 683.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17.06.77 № 1514**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4328—66**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	6.1
ГОСТ 61—75	3.9.1
ГОСТ 83—79	3.5
ГОСТ 1277—75	3.8.1
ГОСТ 1770—74	3.2; 3.3.1; 3.6; 3.8.1; 3.9.1; 3.10; 3.11.1; 3.12.1
ГОСТ 3117—78	3.9.1
ГОСТ 3118—77	3.3.1; 3.11.1; 3.13
ГОСТ 3760—79	3.9.1
ГОСТ 3770—75	3.9.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4108—72	3.3.1
ГОСТ 4212—76	3.8.1; 3.9.1; 3.11.1; 3.12.1; 3.13
ГСОТ 4461—77	3.8.1
ГОСТ 4517—87	3.2; 3.3.1
ГОСТ 4919.1—77	3.3.1; 3.8.1; 3.11.1; 3.13; 3.14
ГОСТ 6563—75	3.5
ГОСТ 6709—72	3.8.1; 3.9.1; 3.11.1; 3.12.1
ГОСТ 9147—80	3.2
ГОСТ 9656—75	3.5
ГОСТ 10398—76	3.11.1
ГОСТ 10485—75	3.14
ГОСТ 10555—75	3.10
ГОСТ 10652—73	3.11.1
ГОСТ 10671.1—74	3.5
ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 10671.5—74	3.6
ГОСТ 10671.6—74	3.7
ГОСТ 17319—76	3.13
ГОСТ 18300—87	3.3.1
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.3.1; 3.4; 3.6; 3.9.1; 3.10; 3.11.1; 3.12.1; 3.13
ГОСТ 25794.1—83	3.3.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ИЗДАНИЕ (май 2001 г.) с Изменениями 1, 2, утвержденными в ноябре 1979 г., декабре 1987 г. (ИУС 12—79, 2—88)**

gost.e-ecolog.ru