ГОСТ 4147—74

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

ЖЕЛЕЗО (III) ХЛОРИД 6-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.723'131-41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

ЖЕЛЕЗО (III) ХЛОРИД 6-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4147—74

Reagents. Ferric chloride hexahydrate. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 2221 0330 07

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на 6-водный хлорид железа (III), представляющий собой мягкую кристаллическую массу или куски желто-бурого цвета, растворим в воде, спирте и эфире, гигроскопичен.

Формула $FeCl_3 \cdot 6H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 270,30.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. 6-водный хлорид железа (III) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям 6-водный хлорид железа (III) должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2221 0332 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2221 0331 06
1. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,01	0,05
2. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,010	0,03
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,03
4. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,005	0,01
5. Массовая доля железа (II) (Fe^{2+}), %, не более	0,002	0,005
6. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,003	0,01
7. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0005	0,0005
8. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,003	0,01
9. Массовая доля свинца (Pb),%, не более	0,002	0,005

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1974
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2221 0332 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2221 0331 06
10. Массовая доля калия (K), %, не более	0,02	0,05
11. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,06	0,1
12. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,02	0,1
13. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	1,5—2,5	Не нормируется

Примечания:

1. Фактическую массовую долю основного вещества перед использованием продукта определяют по п. 3.2.

2. По согласованию с потребителем в препарате «чистый» допускается массовая доля меди не более 0,25 % и цинка — 0,05 %.

В этом случае нормируется pH раствора препарата с массовой долей 5 % — не ниже 1,6.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовые доли мышьяка, свинца, натрия, калия и кальция изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии, массовые доли мышьяка, свинца и кальция для медицинской и микробиологической промышленности изготовитель определяет в каждой партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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.

Все полученные результаты анализа округляют до наименьшего разряда суммарной погрешности результата анализа. При сравнении результата анализа с нормируемым значением показателя качества последующее округление результата анализа до наименьшего разряда указанного показателя не допускается.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы не должна быть менее 300 г.

3.1а.; 3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2. Определение массовой доли 6-водного хлорида железа (III)

Определение проводят при необходимости сразу же после вскрытия потребительской тары.

3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

бюретка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;

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

пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 29227;

цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч., раствор с массовой долей 20 %, свежеприготовленный;

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

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

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068; раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,8000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см^3 воды, прибав-

ляют 10 см^3 раствора соляной кислоты, 15 см^3 раствора йодистого калия, быстро закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия, перемешивают и оставляют в темном месте на 10 мин. Затем смывают пробку водой, доводят объем раствора водой до 100 см^3 и титруют из бюретки выделившийся йод раствором 5-водного серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

Одновременно титруют контрольный раствор в таких же условиях с такими же количествами применяемых реактивов.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю 6-водного хлорида железа (III) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}02703 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

m — масса навески препарат, г;

0,02703 — масса 6-водного хлорида железа (III), соответствующая 1 см^3 раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,7 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,8 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.2—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118;

тигель фильтрующий по ГОСТ 25336 типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16;

пипетка 6(7)—2—5 по ГОСТ 29227;

стакан В(Н)-1—600 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(2)—500 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

25,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см^3 воды и 2 см^3 соляной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см^3 горячей воды, подкисленной 0,5 см^3 соляной кислоты, и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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

для препарата «чистый для анализа» — 2,5 мг,

для препарата «чистый» —12,5 мг.

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

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли нитратов

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

колба Кн-2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336;

колба 2—50—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

индигокармин (индигосульфонат натрия), раствор готовят по ГОСТ 10671.2;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552;

кислота серная по ГОСТ 4204;

натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 0,25 %;

раствор, содержащий NO_3, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см^3 NO_3.

3.4.2. Проведение анализа

2,00 г препарата помещают в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

2,5 см^3 полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в тщательно вымытую коническую колбу, прибавляют 5 см^3 ортофосфорной кислоты, перемешивают, прибавляют 2 см^3 раствора хлористого натрия, 1 см^3 раствора индигокармина и 10 см^3 серной кислоты, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Через 10 мин прибавляют 25 см^3 воды и снова перемешивают.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг NO_3,

для препарата «чистый» — 0,030 мг NO_3,

5 см^3 ортофосфорной кислоты, 2 см^3 раствора хлористого натрия,

1 см^3 раствора индигокармина и 10 см^3 серной кислоты.

3.4.1; 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

2,00 г препарата «чистый для анализа» или 1,00 г препарата «чистый» помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 250 см^3 (с меткой на 100 см^3), растворяют в 80 см^3 воды, прибавляют при перемешивании 10 см^3 раствора аммиака (ГОСТ 3760) с массовой долей 10 %, нагревают до кипения и кипятят в течение 1 мин. После охлаждения объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей водой, содержащей 1 см^3 раствора аммиака с массовой долей 10 % в 100 см^3 воды.

20 см^3 фильтрата (соответствует 0,4 г препарата «чистый для анализа» или 0,2 г препарата «чистый») помещают пипеткой в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 100 см^3 (с меткой на 25 см^3), нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % в присутствии 1—2 капель раствора *п*-нитрофенола (готовят по ГОСТ 4919.1), доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты, 3 см^3 раствора крахмала и 3 см^3 раствора хлористого бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг SO_4,

для препарата «чистый» — 0,06 мг SO_4.

1 см^3 раствора соляной кислоты, 3 см^3 раствора крахмала и 3 см^3 раствора хлористого бария.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6. Определение массовой доли фосфатов

3.6.1. Реактивы, растворы, приборы и посуда:

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765; раствор готовят следующим образом: 25,00 г молибденовокислого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 700 см^3 воды, осторожно при перемешивании — 170 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают до растворения молибденовокислого аммония, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная, растворы с массовой долей 20 и 30 %; готовят по ГОСТ 4517;

натрий сернистокислый по ГОСТ 195, раствор с массовой долей 20 %. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой; годен к применению в течение 14 суток;

раствор, содержащий PO_4; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие 0,1 мг/см^3 и 0,01 мг/м^3 PO_4;

фотоколориметр ФЭК-56, ФЭК-60 или другого типа;
кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм;
колбы Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336;
колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770;
пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227;
цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

3.6.2. Построение градуировочного графика

Готовят шесть растворов сравнения. Для этого в шесть конических колб помещают растворы, содержащие 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 и 0,150 $см^3$ фосфатов.

Одновременно в такой же колбе готовят контрольный раствор, не содержащий фосфатов.

В каждую колбу помещают 0,50 г анализируемого препарата, 30 $см^3$ воды, 2 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, перемешивают до растворения препарата и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Затем к растворам прибавляют по 4 $см^3$ раствора сернистокислого натрия, нагревают до кипения и кипятят 1 мин в вытяжном шкафу. Растворы должны стать почти бесцветными. Если раствор имеет зеленый оттенок, необходимо прибавить еще несколько кубических сантиметров раствора сернистокислого натрия и вновь нагреть до кипения. Если раствор имеет золотистый оттенок, необходимо добавить несколько капель раствора серной кислоты с массовой долей 20 %.

К горячим растворам сразу же прибавляют по 8 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, нагревают на водяной бане в течение 10 мин, охлаждают в бане с холодной водой и через 15 мин переносят в мерные колбы, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору, пользуясь красным светофильтром (длина волны 650—700 нм).

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс введенные массы фосфатов в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им оптические плотности.

3.6.1; 3.6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.6.3. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 30 $см^3$ воды.

Такую же навеску препарата помещают во вторую коническую колбу и растворяют в 30 $см^3$ воды — контрольный раствор.

В каждый раствор прибавляют по 2 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 20 % (если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой) и по 4 $см^3$ раствора сернистокислого натрия, нагревают до кипения и кипятят 1 мин в вытяжном шкафу. Растворы должны стать почти бесцветными. Если раствор имеет зеленый оттенок, необходимо добавить еще несколько кубических сантиметров раствора сернистокислого натрия и вновь нагреть до кипения; если раствор имеет золотистый оттенок, необходимо добавить несколько капель раствора серной кислоты с массовой долей 20 %.

К горячему анализируемому раствору сразу же прибавляют 8 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, а к горячему контрольному раствору — 8 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 30 %.

Оба раствора нагревают на водяной бане 10 мин, охлаждают в бане с холодной водой, через 15 мин оба раствора переносят в мерные колбы, доводят объем растворов водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу в миллиграммах фосфатов в анализируемом растворе.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,05 мг,

для препарата «чистый» — 0,10 мг.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm$ 20 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7. Определение массовой доли железа (II)

3.7.1. Реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %; готовят по ГОСТ 4517;

калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, раствор с массовой долей 5 %; готовят по ГОСТ 4517;

кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор с массовой долей 25 %;

раствор, содержащий Fe^{2+}, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см^3 Fe^{2+};

колбы Кн-2—50—18(22) ТХС и Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетки 4(5)—2—1, 4(5)—2—2 и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.7.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 20 см^3 воды, содержащей 1 см^3 раствора соляной кислоты, перемешивают, прибавляют 0,05 см^3 раствора железосинеродистого калия и снова перемешивают.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг Fe^{2+};

для препарата «чистый» — 0,05 мг Fe^{2+}; 2 см^3 раствора 6-водного хлорида железа (III), не содержащего Fe^{2+}, 1 см^3 раствора соляной кислоты и 0,05 см^3 раствора железосинеродистого калия.

Раствор 6-водного хлорида железа (III), не содержащий Fe^{2+}, готовят следующим образом: 50,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 (с меткой на 100 см^3), растворяют в 30 см^3 воды, прибавляют 1 см^3 соляной кислоты, 1 см^3 раствора пероксида водорода, доводят объем раствора водой до метки, помещают в него платину (проволоку, шпатель) и кипятят в течение 5 мин, поддерживая объем раствора постоянным.

Для проверки полноты очистки препарата применяют качественную реакцию с железосинеродистым калием.

(Измененная редакция, Изм. № 1 2).

3.7.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

3.8; 3.8.1; 3.8.2. **(Исключены, Изм. № 2).**

3.9. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485 методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде.

При этом 0,50 г препарата помещают в мерную колбу (ГОСТ 1770) вместимостью 50 см^3, растворяют в воде, прибавляют 1 см^3 раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см^3 полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают пипеткой (ГОСТ 29227) в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют 20 см^3 воды, 20 см^3 раствора серной кислоты, 0,5 см^3 раствора 2-водного хлорида олова (II), перемешивают, быстро прибавляют 5 г цинка и сразу же закрывают колбу прибора пробкой с насадкой, осторожно перемешивают вращательным движением и оставляют в покое на 1,5 ч.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,0005 мг As,

для препарата «чистый» — 0,0005 мг As,

20 см^3 раствора серной кислоты, 0,5 см^3 раствора 2-водного хлорида олова (II) и 5 г цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.10. Определение массовой доли меди, свинца и цинка спектральным методом

3.10.1 Приборы, посуда, реактивы и растворы:

спектрограф ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

генератор дуги переменного тока типа ДГ-2;

выпрямитель ВАЗ 230 × 70;

микрофотометр типа МФ-2;

спектропроектор ПС-18.

Допускается применение других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками;

пипетка 8—2—0,1(0,2) по ГОСТ 29227;

стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336;

угли графитированные для спектрального анализа, ос. ч. (электроды угольные); верхний электрод — тип I, нижний — тип III;

фотопластинки спектральные: для области спектра 430,0—250,0 нм — типа ЭС, чувствительностью 10 ед; для области спектра 250,0—211,0 нм — типа УФШ, чувствительностью 9 ед.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627;

калий бромистый по ГОСТ 4160;

метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664;

натрий сульфит 7-водный;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068;

натрий углекислый по ГОСТ 83;

натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84;

растворы массовой концентрации 1 мг/см^3 Cu, Pb и Zn; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,1 мг/см^3 Cu, Pb и Zn;

проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

раствор Б—16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм^3, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.10.2. Приготовление растворов для построения градуировочных графиков

Для определения меди по нормам 0,003—0,01 %, свинца по нормам 0,002—0,005 % и цинка по нормам 0,003—0,01 % в стаканчик для взвешивания помещают по 1,00 г препарата и указанные в табл. 2 объемы растворов Cu, Pb и Zn массовой концентрации 0,1 мг/см^3. Объемы растворов доводят водой до 0,5 см^3 и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора	Объемы воды и раствора, содержащего примеси, см^3				Массовая доля примеси в препарате, %		
	Cu	Pb	Zn	H_2O	Cu	Pb	Zn
1	0,01	0,01	0,01	0,47	0,001	0,001	0,001
2	0,05	0,05	0,05	0,35	0,005	0,005	0,005
3	0,1	0,1	0,1	0,20	0,01	0,01	0,01
4	0,15	0,15	0,15	0,05	0,015	0,015	0,015

Для определения меди по норме 0,25 % и цинка — 0,05 % в стаканчик для взвешивания помещают по 1,00 г препарата и указанные в табл. 2а объемы растворов Cu и Zn массовой концентрации 1 мг/см^3. Объемы доводят водой до 0,5 см^3 и тщательно перемешивают.

Таблица 2а

Номер раствора	Объемы воды и раствора, содержащего примеси, см^3			Массовая доля примеси в препарате, %	
	Cu	Zn	H_2O	Cu	Zn
1	0,10	0,03	0,37	0,10	0,03
2	0,20	0,05	0,20	0,20	0,05
3	0,30	0,06	0,14	0,30	0,06
4	0,40	0,08	0,02	0,40	0,08

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.10.3 Рекомендуемые условия анализа:

Сила тока, А	10
Напряжение, В	220
Ширина щели спектрографа, м	0,015
Экспозиция, с	30
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5

Анализ проводят в дуге постоянного тока.

3.10.4. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в стаканчик для взвешивания и растворяют в 0,5 $см^3$ воды, тщательно перемешивая.

После обжига электродов и некоторого их охлаждения в кратер нижнего электрода (анода) пипеткой вносят 0,16 $см^3$ анализируемого раствора в два приема, высушивая электроды досуха под инфракрасной лампой. Так же поступают с растворами для построения градуировочных графиков.

Проводят съемку для определения Cu на фотопластинке типа ЭС, для определения Zn и Pb — на фотопластинке УФШ. Спектры анализируемой пробы и растворов для построения градуировочных графиков снимают на одной пластинке, не менее трех раз.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.10.5. Обработка спектрограммы и результатов

Фотопластинки со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой:

Cu — 327,40 нм;

Zn — 213,86 нм;

Pb — 217,0 нм.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений:

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии + фона;

$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение ($\Delta S'$).

Перевод почернений в интенсивности (I) осуществляют по характеристической кривой. Для каждой определяемой примеси строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, а на оси ординат — логарифм среднего арифметического значения интенсивности.

Массовую долю каждой определяемой примеси в процентах находят по графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.10.6. Определение массовой доли кальция, меди, свинца и цинка атомно-абсорбционным методом

3.10.6.1. Приборы, оборудование, реактивы и растворы:

спектрофотометр атомно-абсорбционный типа «Сатурн» или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

лампы с полным катодом типов ЛСП-1-Cu, ЛСП-1-Pb, ЛСП-1-Ca или другого типа;

лампа безэлектродная высокочастотная типа ВСБ-2-Zn с источником питания типа ППБЛ-38;

колба 2—100—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227;

цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457;

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

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

растворы, содержащие Cu, Zn, Pb и Ca, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации Cu, Zn, Pb, Ca по 0,1 мг/$см^3$ (раствор А).

3.10.6.2. Приготовление анализируемых растворов

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

При определении меди по норме 0,25 % — навеска препарата 0,10 г.

3.10.6.3. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы помещают по 50 см^3 воды и прибавляют объемы растворов А, указанные в табл. 3. Затем объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Массовая концентрация примеси в растворе сравнения, мкг/см^3				Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %			
		Cu	Zn	Pb	Ca	Cu	Zn	Pb	Ca
1	10,0	—	—	—	10	—	—	—	0,10
2	5,0	5	5	—	5	0,050	0,050	—	0,05
3	2,0	2	2	2	2	0,020	0,020	0,020	0,02
4	1,0	1	1	1	1	0,010	0,010	0,010	0,01
5	0,5	0,5	0,5	0,5	—	0,005	0,005	0,005	—
6	0,2	0,2	0,2	0,2	—	0,002	0,002	0,002	—

3.10.6.4. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитические линии Cu-324,8, Zn-213,9, Pb-217,0, Ca-422,7 нм, при следующих условиях (на приборе «Сатурн»):

	Cu	Zn	Pb	Ca
Деление барабана	358,0	189,5	294,0	508,0
Щель, мм	0,15	0,5	0,2	0,15
Сигнал	2	2	2	3
Постоянная времени	1	1	1	1
Ток на лампе, мА	20	100	30	15
Чувствительность	1:1	1:1	1:1	1:1
Расход ацетилена, дм^3/ч	135	125	130	140
Расход воздуха, дм^3/ч	700	680	680	720

Определение проводят методом ограничивающих растворов. Фотометрируют последовательно растворы сравнения в порядке возрастания концентрации определяемых элементов и анализируемые растворы. Подбирают два таких раствора сравнения, между отсчетами которых находится отсчет для анализируемого раствора. Затем повторяют всю серию измерений в обратном порядке и берут средние значения из двух параллельных отсчетов.

3.10.6.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию каждого элемента в анализируемом растворе (c) в мкг/см^3 вычисляют по формуле

$$c = c_1 + \frac{(c_2 - c_1) \cdot (Y - Y_1)}{Y_2 - Y_1},$$

где c_1 и c_2 — массовая концентрация растворов сравнения, между которыми находится концентрация анализируемого раствора, мкг/см^3 (при этом c_1 меньше, чем c_2);

Y_1 и Y_2 — отсчет, полученный при фотометрировании растворов сравнения;

Y — отсчет, полученный при фотометрировании анализируемого раствора.

Массовую долю определяемой примеси (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{10^{-6}}{10^{-3}} \cdot 0{,}1 \cdot K \cdot c,$$

где 10^{-6} — коэффициент пересчета мкг, г;

10^{-3} — коэффициент пересчета см^3, дм^3;

0,1 — коэффициент пересчета г/дм^3, %;

K — коэффициент разбавления;

c — концентрация каждого элемента в анализируемом растворе, мкг/см^3.

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

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

3.10.7. При разногласиях в оценке массовых долей кальция, меди, цинка и свинца анализ проводят атомно-абсорбционным методом.

3.10.6—3.10.7. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.11. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

Определение проводят пламенно-фотометрическим методом по ГОСТ 26726, приложение 3, из навески 0,50 г (вместо 1,00 г).

3.12. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с аналогичными метрологическими характеристиками со стеклянным электродом.

3.11; 3.12. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип упаковки: 2т-1, 2т-2, 2т-4, 2—9 (с дополнительной светозащитной упаковкой), II—1 (с двойной).

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

В качестве транспортной тары применяют картонные навивные барабаны по ГОСТ 17065, полиэтиленовые барабаны, ящики деревянные по ГОСТ 18573 и из гофрированного картона для химической продукции по ГОСТ 13841.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

4.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433, (класс 8, подкласс 8.3, черт. 8, классификационный шифр 8313, серийный номер ООН 1773).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. 6-водный хлорид железа (III) действует прижигающе на пищеварительный канал и вызывает рвоту.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки) от попадания препарата на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения в органы дыхания и пищеварения, а также соблюдать меры личной гигиены.

5.3. Помещения, в которых проводятся работы с продуктом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Испытание препарата в лабораториях следует проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.4. Продукт не горюч.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 6-водного хлорида железа (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

6.1; 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.04.89 № 939**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4147—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.10.1	ГОСТ 10163—76	3.2.1
ГОСТ 84—76	3.10.1	ГОСТ 10485—75	3.9
ГОСТ 195—77	3.6.1	ГОСТ 10671.2—74	3.4.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.6.1, 3.9, 3.10.6.1	ГОСТ 10671.5—74	3.5
		ГОСТ 10929—76	3.7.1
ГОСТ 3118—77	3.2.1, 3.3.1, 3.7.1	ГОСТ 13841—95	4.1
ГОСТ 3760—79	3.5	ГОСТ 14192—96	4.3
ГОСТ 3765—78	3.6.1	ГОСТ 17065—94	4.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 18573—86	4.1
ГОСТ 4160—74	3.10.1	ГОСТ 19433—88	4.3
ГОСТ 4204—77	3.4.1, 3.6.1	ГОСТ 19627—74	3.10.1
ГОСТ 4206—75	3.7.1	ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.5, 3.6.1, 3.7.1, 3.10.1, 3.12
ГОСТ 4212—76	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.10.1, 3.10.6.1	ГОСТ 25664—83	3.10.1
ГОСТ 4232—74	3.2.1	ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 4233—77	3.4.1	ГОСТ 26726—85	3.11
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.12	ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1, 3.5	ГОСТ 27068—86	3.2.1, 3.10.1
ГОСТ 5457—75	3.10.6.1	ГОСТ 29227—91	3.2.1, 3.3.1, 3.41, 3.6.1, 3.7.1, 3.9, 3.10.1, 3.10.6.1
ГОСТ 6552—80	3.4.1		
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.10.1, 3.10.6.1	ГОСТ 29251—91	3.2.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ИЗДАНИЕ (июль 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1979 г., сентябре 1989 г. (ИУС 1—80, 12—89)**

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 19.07.2004. Подписано в печать 09.08.2004. Усл. печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,30. Тираж 104 экз. С 3111. Зак. 692.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru