ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ ЛИМОННОКИСЛЫЙ 1-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5538—78

Издание официальное

Б3 9—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.477.1.132—41:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КАЛИЙ ЛИМОННОКИСЛЫЙ 1-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 5538—78

Reagents. Potassium citrate 1-aqueous. Specifications

ОКП 26 3452 0440 01

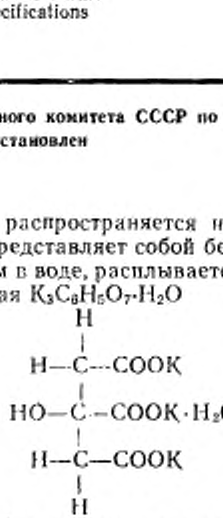
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 августа 1978 г. № 2216 срок введения установлен

с 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на 1-водный лимоннокислый калий, который представляет собой белый кристаллический порошок; легко растворим в воде, расплывается на воздухе.

Формулы: эмпирическая $K_3C_6H_5O_7 \cdot H_2O$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 324,41.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 1-водный лимоннокислый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978

© Издательство стандартов, 1993

Переиздание с изменением

1.2. По физико-химическим показателям 1-водный лимоннокислый калий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3452 0442 10	Чистый (ч.) ОКП 26 3452 0441 00
1. Массовая доля 1-водного лимоннокислого калия ($K_3C_6H_5O_7 \cdot H_2O$), %, не менее	99,5	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,010
3. Массовая доля аммония (NH_4), %, не более	0,001	Не нормируется
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,010
5. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,0030
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0020
8. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00004	0,00010
9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002	0,005
10. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,05	0,10
11. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,0005	0,0010
12. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	8—9	8—9

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 1-водный лимоннокислый калий оказывает раздражающее действие на кожу, а при вдыхании в виде пыли раздражает дыхательные пути.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (противопылевые респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены, не допускать попадания препарата на слизистые оболочки и кожу, а также внутрь организма. При попадании препарата на кожу следует смыть его большим количеством воды.

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

2.4. При проведении анализа препарата с использованием горючих газов следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3.2. Массовые доли фосфатов и мышьяка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г).

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 330 г.

4.2. Определение массовой доли 1-водного лимоннокислого калия методом кислотно-основного титрования.

4.2.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой долей 25 %.

Вода дистиллированная, не содержащая CO_2; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:2.

Катионит марки КУ-1 или КУ-2—8 по ГОСТ 20298—74.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) =0,1 моль/дм³ (0,1 н); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1,5—1,7 %.

Колонка стеклянная (с притертым краном) диаметром 18—20 мм и рабочей высотой 100—150 мм. В верхней части колонки имеется расширение. В качестве опорного слоя для катионита служит стеклянная пластинка с мелкими отверстиями; допускается применять стеклянную вату.

Бюретка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн—2—500—34 по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 2—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

4.1, 4.2; 4.2.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2.2. *Подготовка к анализу*

Катионит отсеивают от пыли и крупных частиц. Для анализа применяют фракции размером от 0,3 до 1,5 мм. Для удаления загрязнений и минеральных примесей и перевода в Н-форму катионит помещают в стакан, несколько раз обрабатывают раствором соляной кислоты, нагретым до 50—60 °С. После этого катионит загружают в колонку и продолжают отмывать нагретым раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на железо (проба с раствором роданистого аммония), затем дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра).

Колонку заполняют водой и вносят в нее небольшими порциями очищенный катионит до высоты столба 100—150 мм. Перед пропусканием анализируемого раствора колонку промывают водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. При работе в слое катионита не должно быть воздуха.

Катионит хранят в колонке под слоем воды или отсасывают на воронке Бюхнера и хранят в банке с притертой пробкой.

4.2.3. *Проведение анализа*

Около 3,0000 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 25 см³ полученного раствора пропускают со скоростью 5 6 см³/мин через колонку, наполненную катионитом. Катионит в колонке промывают 250 см³ воды с той же скоростью. Раствор и промывание воды собирают в коническую колбу, затем прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 5 мин.

4.2.4. *Обработка результатов*

Массовую долю 1-водного лимоннокислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01081 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,01081 — масса 1-водного лимоннокислого калия, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

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

4.2.3; 4.2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2а. Определение массовой доли 1-водного лимоннокислого калия методом титрования в неводной среде

Определение поводят по ГОСТ 17444—76.

При этом 0,3000—0,4000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют при нагревании в 50—60 см³ уксусной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 1 см³ уксусного ангидрида, 0,15 см³ (3—4 капли) раствора кристаллического фиолетового и титруют раствором хлорной кислоты до зеленой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

При разногласиях в оценке массовой доли 1-водного лимоннокислого калия анализ проводят методом кислотно-основного титрования.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336—82, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

Стакан В(Н) 1--400 по ГОСТ 25336--82.

Цилиндр 1(3)--250 по ГОСТ 1770--74.

4.3.2. *Проведение анализа*

40,00 г препарата помещают в стакан, растворяют при нагревании в 200 см³ воды. Стакан с раствором 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 200 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 чистый для анализа — 1,2 мг,

для препарата чистый — 4,0 мг.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±15 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.4. Определение массовой доли аммония

Определение проводят по ГОСТ 24245—80.

При этом 1,00 г препарата помещают в цилиндр (2(4)—50 по ГОСТ 1770—74) вместимостью 50 см³, растворяют в 40 см³ воды, прибавляют 2 см³ реактива Несслера и далее определение проводят по ГОСТ 24245—80, не прибавляя раствора гидроокиси натрия.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: для препарата квалификации «чистый для анализа» — 0,01 мг NH_4 и 2 см³ раствора Несслера.

4.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74.

При этом 2,40 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в смеси, состоящей из 22 см³ воды (ГОСТ 6709—72) и 8 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, раствор 1.

15 см³ полученного раствора (соответствуют 1,2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют

10 см³ воды и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), прибавляя вместо раствора крахмала 5 см³ ректификованного этилового спирта (ГОСТ 18300—87).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1 ч опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг SO_4,

для препарата чистый — 0,10 мг SO_4.

2,5 см³ раствора 1 (соответствуют 0,2 г препарата), 1 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ этилового спирта и 3 см³ раствора хлористого бария.

4.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 2,00 г препарата помещают в платиновую чашку вместимостью 100—115 см³ (ГОСТ 6563—75) и осторожно нагревают на песчаной бане, постепенно увеличивая температуру нагревания, затем прокаливают в муфельной печи при 700—750 °С до полного сгорания угля. При неполном сгорании его смачивают несколькими каплями воды, выпаривают на водяной бане досуха и снова прокаливают. Операцию повторяют до получения остатка белого цвета.

К остатку в чашке осторожно по каплям прибавляют раствор азотной кислоты, прикрыв чашку часовым стеклом, чтобы не было разбрызгивания. Раствор азотной кислоты прибавляют до прекращения выделения пузырьков CO_2 (15—20 см³) и выпаривают досуха на песчаной бане. Содержимое чашки растворяют при нагревании в 10 см³ воды и, если раствор мутный, его фильтруют через промытый водой обеззоленный фильтр. Затем раствор количественно переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 15 см³), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,06 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25 % для препарата квалификации «чистый для анализа», и 15 % для препарата квалификации «чистый».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результа-

та анализа ±35 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±15 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускается заканчивать определение визуально.

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

4.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 или 40 см³), растворяют в 20 см³ воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Затем к раствору прибавляют 3 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, кипятят в течение 2—3 мин, охлаждают и далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см³) методом.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 400 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 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 20 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и 15 % для препарата квалификации «чистый».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±10 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

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

4.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 0,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ (ГОСТ 1770—74) с меткой на 20 см³, растворяют в 15 см³ воды, прибавляют раствор соляной кислоты с массовой долей 25 % (ГОСТ 3118—77) до pH2 (около 0,7 см³) по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят 2,2-дипиридиловым или 1,10-фена-

тролиновым методом с предварительным восстановлением гидрохлоридом гидроксиламина.

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

для препарата чистый для анализа — 0,0025 мг,

для препарата чистый — 0,01 мг

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят 1,10-фенантролиновым методом, фотометрически.

4.9. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 2,50 г препарата помещают в колбу для определения мышьяка и далее определение проводят визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 2,5 ч 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 — 0,001 мг As,

для препарата чистый — 0,0025 мг As,

20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) и 5 г цинка.

4.3.1—4.9. **Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.10. Определение массовой доли кальция

4.10.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Мурексид (аммонийная соль пурпуровой кислоты), раствор с массовой долей 0,05 %, годен в течение 2 сут.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %.

Натрия гидроокись ос. ч. или калия гидроокись ос. ч., раствор концентрации 1 моль/дм³.

Раствор, содержащий Са; готовят по ГОСТ 4212—76 соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ Са.

Колба Кн-2—50—22(34) по ГОСТ 25336—82.

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

Пробирки П-2—20—0,2 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Чашка платиновая 115(118)—3(4) по ГОСТ 6563—75.

4.10.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в платиновую чашку и осторожно нагревают на песчаной бане, постепенно увеличивая температуру нагревания, а затем прокаливают в муфельной печи при 700—750 °С до полного сгорания угля. При неполном сгорании остаток охлаждают, смачивают несколькими каплями воды, выпаривают на водяной бане досуха и снова прокаливают. К прокаленному остатку прибавляют 5 см³ воды и осторожно, прикрыв чашку часовым стеклом, нейтрализуют раствором соляной кислоты, в присутствии лакмусовой бумаги (проба на вынос); часовое стекло смывают водой. Раствор выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в воде и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой, в пробирку, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в колбу (с меткой на 15 см³), нейтрализуют по лакмусовой бумаге раствором гидроокиси натрия или калия (проба на вынос), затем прибавляют еще 2 м раствора гидроокиси натрия или калия, перемешивают, прибавляют 0,5 см³ раствора мурексида, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1—2 мин розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

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

для препарата чистый — 0,025 мг Са,

2 см³ раствора гидроокиси натрия или калия и 0,5 см³ раствора мурексида.

4.10; 4.10.1; 4.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.10а. *Определение массовой доли кальция атомно-абсорбционным методом*

4.10а.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Атомно-абсорбционный спектрофотометр типа «Сатурн» или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Лампа с полым катодом на Са.

Колба 1—100—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Раствор, содержащий 1 мг/см³ Ca; готовят по ГОСТ 4212—76: соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см³ Ca (раствор А).

4.10а.2. *Подготовка к анализу*

4.10а.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в небольшом количестве воды при перемешивании, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.10а.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В четыре мерные колбы помещают по 5,00 г препарата, растворяют в 50 см³ воды и вводят объемы раствора А, указанные в табл. 3. Объемы растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.10а.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитическую линию Ca (422,7 нм).

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примеси. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое значение атомного поглощения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения.

Проводят не менее трех параллельных измерений. После каждого измерения распыляют воду.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см³	Масса Ca в 100 см³ раствора сравнения, мг	Массовая доля Ca в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	1	0,1	0,002
3	2,5	0,25	0,005
4	5	0,5	0,01

4.10а.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значение атомного поглощения на оси ординат, массовую долю кальция в процентах — на оси абсцисс.

Массовую долю кальция в препарате в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±40 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±15 % для препарата квалификации «чистый».

При разногласиях в оценке массовой доли кальция анализ проводят атомно-абсорбционным методом.

4.10а—4.10а.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4.11. Определение массовой доли натрия

4.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный, а также спектрофотометр на основе спектрографа типа ИСП-51 (или универсального монохроматора типа УМ-2) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Горелка.

Распылитель.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Пропан-бутан.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73.

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

Раствор, содержащий натрий; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,1 мг/см^3 Na — раствор А.

Калий лимоннокислый трехзамещенный 1-водный по настоящему стандарту, раствор с массовой долей 10 % с установленным со-

держанием Na — раствор Б; степень чистоты определяют на спектрофотометре по методу добавок.

Все растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

4.11.2. *Подготовка к анализу*

4.11.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

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

4.11.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В пять мерных колб помещают по 10 см³ раствора Б и указанные в табл. 2 объемы раствора А. Растворы перемешивают, доводят водой объем каждого раствора до метки и снова тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см³	Масса Na в 100 см³ раствора сравнения, мг	Массовая доля Na в растворе сравнения, в пересчете на препарат, %
1	0	—	—
2	3	0,3	0,03
3	5	0,5	0,05
4	7	0,7	0,07
5	10	1,0	0,1

4.11.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в пламени пропан—бутан—воздух или ацетилен—воздух, используя аналитическую линию Na 589,0—589,6 нм. После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемого раствора и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли примеси, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании спектра первого раствора сравнения, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

После каждого измерения распыляют воду.

4.11.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излуче-

ция на оси ординат, массовую долю натрия в процентах в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю натрия в препарате в процентах находят по графику.

При определении массовой доли натрия методом ограничивающих растворов проводят фотометрирование спектров двух растворов сравнения и анализируемого раствора. Концентрация натрия в одном из растворов сравнения должна быть меньше, а в другом больше, чем в анализируемом растворе.

Массовую долю натрия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \left[C_1 + \frac{(C_2 - C_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{100}{m \cdot 1000},$$

где C_1, C_2 — масса натрия в 100 см³ раствора сравнения, мг ($C_2 > C_1$)

A — значение интенсивности излучения для анализируемого раствора;

A_1, A_2 значения интенсивности излучения для растворов сравнения;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

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

4.11.1—4.11.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.12. Определение массовой доли свинца

4.12.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Полярограф регистрирующий переменнотоковый типа ППТ-1.

Ячейка полярографическая с насыщенным каломельным электродом (или донной ртутью) - анодом и ртутным капающим электродом (катодом).

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

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

Стаканы В(Н)-1—25, В(Н)-1—100 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770—74.

Азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293—74, очищенный от кислорода, или аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157—79, очищенный от кислорода.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Ртуть по ГОСТ 4658—73, Р-0, очищенная для полярографических работ.

Раствор, содержащий 1 мг/см³ свинца; готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,01 мг/см³ свинца.

4.12.2. *Приготовление анализируемого раствора*

10,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 30—40 см³ воды и количественно переносят в мерную колбу. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.12.3. *Проведение анализа*

В два стакана вместимостью 25 см³ каждый помещают по 10 см³ анализируемого раствора (соответствуют 2 г препарата). Затем в первый стакан вводят 0,01 мг свинца — для препарата чистый для анализа или 0,02 мг свинца — для препарата чистый. Объем раствора во втором стакане уравнивают водой. Содержимое стаканов последовательно помещают в полярографическую ячейку. Растворы освобождают от растворенного кислорода, барботируя инертный газ в течение 5—10 мин, и снимают полярограмму в интервале потенциалов (—0,5) — (—1,0) В. Потенциал полуволны свинца — (—0,80) — (—0,85) В относительно насыщенного каломельного электрода. Чувствительность прибора подбирается так, чтобы высота волны для анализируемого раствора была не менее 10 мм.

4.12.4. *Обработка результатов*

Массовую долю свинца (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot h_1 \cdot 100}{(h_2 - h_1) \cdot m_1 \cdot 1000},$$

где h_1 — высота пика свинца в анализируемом растворе, мм;

h_2 — высота пика свинца в анализируемом растворе с добавкой, мм;

m — масса свинца, добавленная в анализируемый раствор, мг;

m_1 — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

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

4.13. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—250—34 или Кн1—250—29/32 (ГОСТ 25336—82), прибавляют цилиндром 1(3)—100 (ГОСТ 1770—74) 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—87), тщательно перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с допускаемой основной погрешностью ±0,05 pH.

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

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

4.12.1—4.13. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2-1, 2-4, 2-9, 6-1, 11-1, 11-6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—81 (класс опасности 9, подкласс 9.2, классификационный шифр 9233).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 1-водного лимоннокислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — два года со дня изготовления.

6.1; 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

Г. Г. Горовой, Б. И. Желнин, Л. А. Михайлова, Л. Х. Беспрозванная, Г. А. Иванова, Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, В. Н. Смородинская, Л. В. Кидиярова, Е. К. Богомолова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.08.78 № 2216

3. **ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ** — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 5538—72**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277—75	4.2.1
ГОСТ 1770—74	4.2.1, 4.3.1, 4.4, 4.8, 4.10.1, 4.10а.1, 4.11.1, 4.12.1, 4.13
ГОСТ 3118—77	4.2.1, 4.8, 4.10.1
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1
ГОСТ 4212—76	4.10.1, 4.10а.1, 4.11.1, 4.12.1
ГОСТ 4328—77	4.2.1
ГОСТ 4517—87	4.2.1, 4.13
ГОСТ 4658—73	4.12.1
ГОСТ 4919.1—77	4.2.1
ГОСТ 5457—75	4.10а.1, 4.11.1
ГОСТ 6563—75	4.6, 4.10.1
ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.5, 4.10.2, 4.10а.1, 4.11.1, 4.12.1
ГОСТ 9293—74	4.12.1
ГОСТ 10157—79	4.12.1
ГОСТ 10485—75	4.9
ГОСТ 10555—75	4.8
ГОСТ 10671.5—74	4.5
ГОСТ 10671.6—74	4.6
ГОСТ 10671.7—74	4.7
ГОСТ 17444—76	4.2а
ГОСТ 18300—87	4.2.1, 4.5

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 19433—81	5.1
ГОСТ 20292—74	4.2.1, 4.10.1, 4.10а.1, 4.11.1, 4.12.1
ГОСТ 20298—74	4.2.1
ГОСТ 24104—88	4.1а
ГОСТ 24245—80	4.4
ГОСТ 25336—82	4.2.1, 4.3.1, 4.10.1, 4.12.1, 4.13
ГОСТ 25794.1—83	4.2.1
ГОСТ 27025—86	4.1а
ГОСТ 27067—86	4.2.1

6. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 3—93 от 17.02.93)

7. Переиздание (август 1993 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. Ю. Гебрук*

Сдано в набор 13.10.93. Подп. в печ. 10.11.93. Усл. печ. л. 1,16. Усл. кр.-отт. 1,16 Уч.-изд. л. 1,20. Тир 480 экз. С 802.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14. Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2164

gost.e-ecolog.ru