ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

МАГНИЙ ХЛОРИСТЫЙ 6-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4209—77

Издание официальное

БЗ 6—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.46'131—41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

МАГНИЙ ХЛОРИСТЫЙ 6-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4209—77

Reagents.
Magnesium chloride, 6-aqueous.
Specifications

ОКП 26 2121 0490 10

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на 6-водный хлористый магний, который представляет собой белые очень гигроскопичные, расплывающиеся на воздухе кристаллы, растворимые в воде и спирте.

Формула $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 203,30.

Допускается изготовление 6-водного хлористого магния по приложению 1 и проведение анализов по приложению 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 6-водный хлористый магний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 6-водный хлористый магний должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2121 0492 08	Чистый (ч.) ОКП 26 2121 0491 09
1. Массовая доля 6-водного хлористого магния ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), %, не менее	98,0	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005
3. Нерастворимые в этиловом спирте вещества	Должен выдерживать испытание по п. 3.4	
4. Массовая доля кислот в пересчете на соляную кислоту (HCl), %, не более	0,002	0,002
5. Массовая доля щелочей в пересчете на окись магния (MgO), %, не более	0,0005	0,0005
6. Массовая доля общего азота, %, не более	0,005	0,005
7. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,003	0,004
8. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,0005
9. Массовая доля бария (Ba), %, не более	0,002	0,002
10. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0010

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2121 0492 08	Чистый (ч.) ОКП 26 2121 0491 09
11. Массовая доля калия (K), %, не более	0,005	Не нормируется
12. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,020
13. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,3	Не нормируется
14. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	0,00002
15. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0002

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Определение массовых долей мышьяка и тяжелых металлов изготовитель проводит по требованию потребителей.

(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-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 380г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Определение массовой доли 6-водного хлористого магния

Определение проводят по ГОСТ 10398 сразу же после вскрытия банки.

При этом около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 100 $см^3$ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398.

Масса 6-водного хлористого магния, соответствующая 1 $см^3$ раствора трилона Б концентрации точно *c* (*ди*-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 М), составляет 0,01017 г.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ

3.3.1. *Посуда и реактивы*

Стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей около 1,7 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3.2. *Проведение анализа*

50,0 г препарата помещают в стакан и растворяют в 100 $см^3$ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. После этого раствор фильтруют через фильтрующий тигель, высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с азотнокислым серебром) 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» — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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

3.4. Определение нерастворимых в этиловом спирте веществ

3.4.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта, раствор с массовой долей 90 %, готовят следующим образом: к 100 см^3 раствора с массовой долей спирта 96 % прибавляют 7,7 см^3 воды.

3.4.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 50 см^3 раствора спирта.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если для препарата «чистый для анализа» раствор будет прозрачным, для препарата «чистый» допускается небольшое помутнение.

3.4—3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Определение массовой доли кислот в пересчете на соляную кислоту (HCl) или массовой доли щелочей в пересчете на окись магния (MgO)

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.5.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 1 см^3 и ценой деления 0,01 см^3.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

Бромтимоловый синий, индикатор, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,02 моль/дм^3 (0,02 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,02 моль/дм^3 (0,02 н.), свежеприготовленный, готовят по ГОСТ 25794.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.5.2. *Проведение анализа*

10,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см^3 воды и прибавляют 2 капли раствора бромтимолового синего. При щелочной реакции (синяя окраска) анализируемый раствор титруют из бюретки раствором соляной кислоты, при кислой реакции (желтая окраска) — раствором гидроокиси натрия.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование, не будет превышать для препарата «чистый для анализа» и «чистый» — 0,25 см^3, раствора соляной кислоты для препаратов «чистый для анализа» и «чистый» — 0,13 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4.

При этом 0,50 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для определения аммиака дистилляцией, растворяют в воде и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом, прибавляя 6 см^3 раствора гидроокиси натрия вместо 5 см^3.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,025 мг;

для препарата «чистый» — 0,025 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

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

3.7. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, растворяют 25 см^3 воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,03 мг,

для препарата «чистый» — 0,04 мг.

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

3.8. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6.

При этом 5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 15 см^3 воды и далее определение проводят по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса фотометрически.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,025 мг,

для препарата «чистый» — 0,025 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

3.7, 3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.9. Определение массовой доли бария

3.9.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Колбы Кн-2—100—22 ТХС и Кн-2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 и 10 см^3.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 10 %.

Раствор, содержащий Ba; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см^3 Ba.

Магний хлористый 6-водный, раствор, не содержащий Ba: готовят следующим образом: 15,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 60 см^3), растворяют в 40 см^3 воды, прибавляют 6 см^3 раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Через 18—20 ч раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Для приготовления каждого раствора сравнения берут 20 см^3 фильтрата.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.9.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 20 см^3 воды, прибавляют 2 см^3 раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемый через 1 ч осадок анализируемого раствора не будет больше осадка раствора, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата «чистый для анализа» — 0,10 мг Ba;

для препарата «чистый» — 0,10 мг Ba

и 20 см^3 раствора 6-водного хлористого магния, не содержащего Ba.

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

3.10. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555.

3,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 20 см^3 воды и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением надсернокислым аммонием.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,006 мг,

для препарата «чистый» — 0,030 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.11. Определение массовой доли калия и натрия

3.11.1. *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 с аналогичными чувствительностью и точностью.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Пропан-бутан (в баллонах) или газ из городской сети.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см^3.

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

Растворы, содержащие Na и K; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением получают раствор А массовой концентрации Na 0,1 мг/см^3 и раствор Б массовой концентрации K 0,01 мг/см^3.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.11.2. *Подготовка к анализу*

3.11.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

Для определения массовой доли примеси натрия 0,100 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

Для определения массовой доли примеси калия 1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.11.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

Для определения массовой доли примеси натрия в 4 мерные колбы вводят указанные в табл. 2 объемы раствора А. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения массовой доли примеси калия в 4 мерные колбы вводят указанные в табл. 3 объемы раствора Б. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Масса натрия, введенного в 100 см^3 раствора сравнения, мг	Массовая доля натрия в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	1	0,1	0,1
2	2	0,2	0,2
3	3	0,3	0,3
4	4	0,4	0,4

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см^3	Масса калия, введенного в 100 см^3 раствора сравнения, мг	Массовая доля калия в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	2	0,02	0,002
2	4	0,04	0,004
3	8	0,08	0,008
4	10	0,1	0,01

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.11.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Используют аналитические линии Na —589,0—589,6 нм и K — 766,5 нм. После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование спектра воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания массовых

долей примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальных массовых долей примесей. После каждого замера распыляют воду. Затем вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.11.4. *Обработка результатов*

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

Массовую долю примесей в препарате находят по графику.

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 ± 5 % при доверительной вероятности $P = 0,05$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.12. Определение массовой доли кальция

Определение проводят по ГОСТ 26726 пламенно-фотометрическим методом.

3.13. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485 методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой и солянокислой среде. Масса навески препарата составляет 1,50 г.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги при взаимодействии с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги при взаимодействии с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме:

для препарата «чистый для анализа», — 0,0003 мг As;

для препарата «чистый» — 0,0003 мг As,

и соответствующие количества реактивов по ГОСТ 10485.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят в сернокислой среде.

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

3.14.Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319.

При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 30 см^3 воды и далее определение проводят сероводородным методом.

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

для препарата «чистый для анализа » — 0,01 мг Pb;

для препарата «чистый» — 0,01 мг Pb,

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

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

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

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

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 должен гарантировать соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления, за исключением показателя подпункта I табл. 1. Норма по этому показателю гарантируется изготовителем только на месте производства, при выпуске продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Хлористый 6-водный магний вызывает заболевания органов дыхания и пищеварения.

6.2. При работе с препаратом следует соблюдать правила личной гигиены; не допускать попадания внутрь организма.

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

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией.

Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

6.4. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

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

Р 16. Магний хлористый 6-водный $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.
Относительная молекулярная масса 203,31

Р 16.1. Технические требования

Массовая доля 6-водного хлористого магния ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), %, не менее	98,0
pH раствора препарата с массовой долей 5 %	5,0—6,5
Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005
Массовая доля сульфатов (SO_4), % не более	0,002
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,002
Массовая доля бария (Ba), %, не более	0,005
Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,01
Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005
Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля калия (K), %, не более	0,005
Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,005

Р 16.2. Приготовление анализируемого раствора

40 г препарата растворяют в 100 см³ воды и разбавляют до 200 см³ (раствор должен быть чистым и бесцветным).

Р 16.3. Методы анализа

Р 16.3.1. *Определение массовой доли 6-водного хлористого магния*

Около 0,8000 г препарата растворяют в 100 см³ воды.

К полученному раствору добавляют 1 г хлористого аммония, 1 см³ раствора аммиака, 0,04 г эриохрома черного Т (смесь) и титруют раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты концентрации *с* 1/2 (ди-Na-ЭДТА) = 0,2 моль/дм³ до голубой окраски.

1,00 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации *с* 1/2 (ди-Na-ЭДТА) = 0,2 моль/дм³ соответствует 0,02033 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

Смесь готовят следующим образом: 1 г эриохрома черного Т растирают со 100 г хлористого натрия в мелкий порошок.

Р 16.3.2. *Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %*

Определение проводят в соответствии с ОМ 31.1*, используя стеклянный индикаторный электрод.

Р 16.3.3. *Определение массовой доли фосфатов*

К 50 см³ анализируемого раствора (Р 16.2) прибавляют 30 см³ воды и анализируют в соответствии с ОМ 4*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см³ фосфатного раствора сравнения II (5 см³ = 0,0005 % PO_4).

Фосфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1 : 100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,43 г KH_2PO_4 растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р 16.3.4. *Определение массовой доли сульфатов*

20 см³ анализируемого раствора (Р 16.2) анализируют в соответствии с ОМ 3*.

Готовят контрольный раствор, используя 8 см³ сульфатного раствора сравнения II (8 см³ = 0,002 % SO_4).

Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1 : 100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г K_2SO_4 растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р 16.3.5. *Определение массовой доли общего азота*

5 см³ анализируемого раствора (Р 16.2) разбавляют водой до 140 см³ и анализируют в соответствии с ОМ 6*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см³ азотсодержащего раствора сравнения II (2 см³ = 0,002 % N).

Азотсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1 : 100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 6,07 г $NaNO_3$ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

---

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6553-1—82.

Р 16.3.6. *Определение массовой доли кальция, меди, железа и свинца*

Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектроскопии в соответствии с ОМ 29* при условиях, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	5	Воздух-ацетилен	422,7
Cu	10		324,7
Fe	Используют экстракционный растворитель в ОМ 35*		248,3
Pb			217,0 или 283,3

Р 16.3.7. *Определение массовой доли бария, калия и натрия*

Определение проводят методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30* при условиях, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ba	1	Кислород-ацетилен	553,6
K	1		766,5
Na	0,5		589,0

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353-1—82
Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний (ОМ)

5. Общие методы анализа (ОМ)

5.3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

Готовят затравочный раствор, смешивая 0,25 см^3 раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в растворе этанола с объемной долей 30 % и 1 см^3 раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25 %. Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем анализируемого раствора (Р 16.3.4), предварительно подкисленный 0,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %.

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

5.4. Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

К указанному объему анализируемого раствора (Р 16.3.3) добавляют 5 см^3 раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %. pH раствора доводят до 1,8 и нагревают до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 см^3 диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибдено-фосфатный комплекс 0,2 см^3 раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в соляной кислоте. Сравнивают интенсивность синей окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему анализируемого раствора (Р 16.3.5), разбавленному при необходимости до 140 см^3, в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см^3 раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см^3 реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 см^3 раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 %, 2 см^3 реактива Несслера и разбавляют до 100 см^3.

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

---

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

5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

5.29.1. *Общие указания*

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

5.29.2. *Методика анализа*

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

Выбор методики определяется требуемой степенью точности.

Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

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

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

5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

5.30.1. *Общие указания*

Метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом смесью горячего газа и газа-окислителя. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью фотометрической системы либо с монохроматором, либо с фильтрами.

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

5.30.2. *Методика анализа*

Методика анализа сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реактива.

5.31.1. *Определение pH (ОМ 31.1)*

5.31.1.1. *Общие положения*

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

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

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

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

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

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

S — угловой коэффициент:

$$S = \left(\frac{mV}{pH}\right) = \frac{E_1 - E_2}{pH_{R_1} - pH_{R_2}}.$$

5.31.1.2. *Аппаратура*

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

5.31.1.3. *Калибровка*

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

а) оксалатный буферный раствор;

б) тартратный буферный раствор;

в) фталатный буферный раствор;

г) фосфатный буферный раствор;
д) боратный буферный раствор;
е) буферный раствор гидроксида кальция.

В табл. 3 приведены значения pH перечисленных буферных растворов в интервале температур 15—35 °С.

Таблица 3

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

5.31.1.4. *Методика анализа*

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

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

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

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

5.35. Определение металлов путем экстракции с последующей атомно-абсорбционной спектроскопией (ОМ 35)

Готовят 150 см^3 анализируемого раствора, добавляя соответствующий объем уксусной кислоты или раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % для доведения pH раствора до 5. Полученный раствор разделяют на три равные порции, которые помещают в три делительные воронки. В две из них добавляют контрольные растворы определяемых металлов, в первую — в количестве, эквивалентном предполагаемой предельной массе металла в анализируемом растворе, а во вторую — вдвое большем количестве. Содержимое каждой из трех делительных воронок обрабатывают следующим образом: добавляют 1 см^3 раствора пирролидин-карбодитиоата аммония с массовой долей 1 %, перемешивают, добавляют 10 см^3 4-метилпентан-2-она и встряхивают 30 с. После разделения фаз водный слой отбрасывают. Органический слой переносят в мерную колбу на 10 см^3 и разбавляют до метки этанолом с объемной долей 95 %. Полученные экстракты анализируют в соответствии с ОМ 29.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова, И.Л. Ротенберг, Е.Н. Яковлева, Н.Д. Печникова, Л.В. Кидиярова, И.В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.08.77 № 2079

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4209—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1277—75	3.3.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.5.1, 3.9.1, 3.11.1
ГОСТ 3118—77	3.5.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4204—77	3.9.1
ГОСТ 4212—76	3.9.1, 3.11.1
ГОСТ 4328—77	3.5.1
ГОСТ 4919.1—77	3.5.1
ГОСТ 4517—87	3.5.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.4.1, 3.9.1, 3.11.1
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10485—75	3.13
ГОСТ 10555—75	3.10
ГОСТ 10671.4—74	3.6
ГОСТ 10671.5—74	3.7
ГОСТ 10671.6—74	3.8
ГОСТ 17319—76	3.14
ГОСТ 18300—87	3.4.1
ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.4.1, 3.5.1, 3.9.1
ГОСТ 26726—85	3.12
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 25794.1—83	3.5.1

5. Ограничение срока действия снято по Протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1997 г.) с Изменениями № 1 ,2, 3, утвержденными в январе 1983 г., июне 1988 г., декабре 1994 г. (ИУС 5—83, 10—88, 2—95)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.11.97. Подписано в печать 10.12.97. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 177 экз. С1208. Зак. 886.

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

gost.e-ecolog.ru