МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

СОЛЬ ДИНАТРИЕВАЯ ЭТИЛЕНДИАМИН-N, N, N′, N′-ТЕТРАУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ 2-ВОДНАЯ (ТРИЛОН Б)

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.313.2'333.1'292'133—41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

СОЛЬ ДИНАТРИЕВАЯ ЭТИЛЕНДИАМИН-N,N,N′,N′-ТЕТРАУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ 2-ВОДНАЯ (ТРИЛОН Б)

Технические условия

ГОСТ 10652—73

Reagents. Dihydrate ethylenediaminetetraacetic acid disodium salt. Specifications

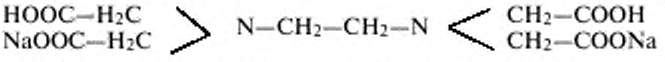
МКС 71.040.30
ОКП 26 3831 0210 02

Дата введения 01.07.74

Настоящий стандарт распространяется на 2-водную динатриевую соль этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, которая представляет собой белый кристаллический порошок или кристаллы белого цвета, хорошо растворимые в воде, очень малорастворимые в спирте.

Формулы: эмпирическая $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$,

структурная



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 372,24.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

Допускается изготовление 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты по МС ИСО 6353-2—83 (см. приложение).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. 2-Водная динатриевая соль этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.1. По химическим показателям 2-водная динатриевая соль этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3831 0213 10	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3831 0212 00	Чистый (ч.) ОКП 26 3831 0211 01
1. Массовая доля 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$), %	99,8—100,2	99,5—100,5	98,5—100,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005	0,020

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1973
© Стандартинформ, 2007

Продолжение

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3831 0213 10	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3831 0212 00	Чистый (ч.) ОКП 26 3831 0211 01
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,01	0,05	Не нормируется
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0020	0,0050
5. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005	0,0010	0,0050
6. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,005	0,005
7. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	4—5	4—5	4—5

1.1а, 1.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю нерастворимых в воде веществ и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г 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.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

3.2. Определение массовой доли 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты

Массовую долю 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты определяют комплексонометрическим титрованием раствором сернокислого цинка или азотнокислого свинца.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений составляют для обоих методов 0,3 %.

3.2.1а. Определение массовой доли 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты титрованием раствором сернокислого цинка

3.2.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Буферный раствор I с pH 9,5—10; готовят следующим образом: 70 г хлористого аммония растворяют в 250—300 см^3 воды, прибавляют 250 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % и затем доводят объем раствора водой до 1 дм^3.

Сульфарсазен, раствор с массовой долей 0,05 % в растворе 10-водного тетраборнокислого натрия концентрации 0,05 моль/дм^3; годен в течение 15 сут.

1-(1-окси-2-нафтилазо)-6-нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты натриевая соль (эриохром черный Т), индикаторная смесь; хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, раствор концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = =0,05 моль/дм³; готовят по ГОСТ 10398.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199; раствор концентрации c ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)= = 0,05 моль/дм³.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1(2), 5(10) см³.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,5000 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 100 см³ воды. К раствору прибавляют 5 см³ буферного раствора I (pH 9,5—10), 0,4 см³ раствора сульфарсазена или около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т, перемешивают и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка до первого изменения лимонно-желтой окраски раствора в оранжевато-розовую (при применении сульфарсазена) или синей окраски раствора в фиолетово-красную (при применении индикаторной смеси).

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01861 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора 7-водного сернокислого цинка концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,01861 — масса 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора 7-водного сернокислого цинка концентрации точно 0,05 моль/дм³, 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 ±0,6 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.2.4. Определение массовой доли 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты титрованием раствором азотнокислого свинца

3.2.4.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная и раствор с массовой долей 1 %.

Ксиленоловый оранжевый, индикаторная смесь; готовят по ГОСТ 4919.1.

Свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236, очищенный следующим образом: около 100 г азотнокислого свинца (II) растворяют при нагревании в 200 см³ воды с добавлением 3 см³ концентрированной азотной кислоты. К раствору прибавляют по каплям ту же азотную кислоту до появления небольшого количества азотнокислого свинца (II). Теплый раствор быстро фильтруют через плотную фильтровальную бумагу или обеззоленный фильтр «синяя лента». Фильтрат охлаждают и выделившиеся кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают трижды 10 см³ раствора азотной кислоты, потом трижды 10 см³ смеси этилового спирта и азотной кислоты, а затем диэтиловым эфиром. Промытые кристаллы высушивают в электрическом сушильном шкафу в течение 1 ч при (105±5) °С, а затем в течение 1 ч при (180±5) °С.

Свинец (II) азотнокислый, раствор концентрации точно c [$Pb(NO_3)_2$] = 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 16,5613 г азотнокислого свинца, очищенного как указано выше, количественно помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 500 см³ воды, доводят раствор водой до метки и тщательно перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Смесь этилового спирта и азотной кислоты; готовят смешением этилового спирта и концентрированной кислоты в соотношении 50:1.

Уротропин фармакопейный, раствор с массовой долей 10 %.

Эфир диэтиловый.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 10 см³.

Стакан В(Н)-1—250(400) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100(250) по ГОСТ 1770.

3.2.4.2. *Проведение анализа*

Около 0,4000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора уротропина, 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором азотнокислого свинца (II) концентрации 0,05 моль/дм³ до изменения желтой окраски раствора на фиолетовую.

3.2.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}01861 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотнокислого свинца (II) концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,01861 — масса 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого свинца (II) концентрации точно 0,05 моль/дм³, 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 ±0,6 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336 типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

Стакан В(Н)-1—600 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—500 или мензурка 500 по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

20,00 г препарата помещают в стакан, прибавляют 400 см³ теплой воды, перемешивают до растворения, накрывают стакан часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на теплой водяной бане. 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 см³ теплой дистиллированной воды (60 °С) и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Массовую долю нерастворимых в воде веществ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса высушенного остатка, г;

m — масса навески препарата, г.

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 химически чистый и чистый для анализа и ±15 % для препарата чистый при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.4. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

При этом 1,00 г препарата помещают в стакан (ГОСТ 25336) вместимостью 50—100 см³, приливают 2 см³ горячей дистиллированной воды (80—90 °С) и перемешивают до полного растворения. К раствору прибавляют 2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и охлаждают при перемешивании до выпадения осадка. Через 15 мин отстоявшийся раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей водой, в мерную колбу (ГОСТ 1770) вместимостью 100 см³. Стенки стакана и осадок на фильтре промывают три-четыре раза раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

10 см³ полученного раствора (соответствуют 0,10 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 27 см³ воды, 2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, 1 см³ раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг Cl,

для препарата чистый для анализа — 0,050 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

3.5а. Определение массовой доли железа

Определение массовой доли железа проводят 2,2′-дипиридиловым или роданидным методом (с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием).

3.5а.1. Определение массовой доли железа 2,2′-дипиридиловым методом

3.5а.1.1. *Реактивы, растворы, приборы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 5 %; готовят по ГОСТ 4517.

2,2′-Дипиридил, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий железо, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,010 мг/см³ железа; разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 5 см³.

Стакан В(Н)-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770.

3.5а.1.2. *Построение градуировочного графика*

Градуировочный график строят в условиях определения по п. 3.5а.1.3. по растворам сравнения, содержащим 0,005, 0,010, 0,020, 0,030, 0,040 и 0,050 мг железа. Фотометрируют при длине волны 522 нм на спектрофотометре или длине волны 500—540 нм на фотоэлектроколориметре по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно таким же образом, но без введения железа.

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

3.5а.1.3. *Проведение анализа*

5,00 г препарата химически чистый или 2,00 г препарата чистый для анализа, или 1,00 г препарата чистый помещают в стакан, растворяют в 30—35 см³ воды на водяной бане при 50 °С. После охлаждения до комнатной температуры раствор переносят количественно в мерную колбу. Затем прибавляют 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора 2,2′-дипиридила, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Через 30 мин растворы фотометрируют по отношению к контрольному раствору, как описано в п. 3.5а.1.2.

По полученному значению оптической плотности анализируемого раствора, пользуясь градуировочным графиком, находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах.

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

для препарата химически чистый — 0,025 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,040 мг,

для препарата чистый — 0,050 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25 % для препарата химически чистый и 10 % для препарата чистый для анализа и чистый.

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

Допускается заканчивать определение визуально.

3.5. Определение массовой доли железа роданидным методом (с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием)

Определение проводят по ГОСТ 10555 роданидным методом с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием.

При этом 0,50 г помещают в стакан (ГОСТ 25336) или коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 50—100 см^3, приливают 20 см^3 горячей дистиллированной воды (80—90 °С) и перемешивают до растворения. К раствору прибавляют 0,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и охлаждают при перемешивании до выпадения осадка. Через 15 мин отстоявшийся раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Стенки стакана и осадок на фильтре промывают 10 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 1 % и далее определение проводят по ГОСТ 10555.

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

для препарата химически чистый — 0,0025 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят роданидным методом, фотометрически.

3.6. Определение массовой доли меди

3.6.1. *Реактивы, растворы, приборы и посуда*

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, раствор с массовой долей 1 %, свежеприготовленный, отфильтрованный.

Раствор, содержащий медь, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,010 мг/см^3 меди.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 5 см^3.

Стакан В(Н)-1—100 ТХС или колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

3.6.2. *Построение градуировочного графика*

Готовят шесть растворов сравнения следующим образом: в мерные колбы помещают растворы, содержащие в 30—35 см^3 воды соответственно 0,005, 0,010, 0,020, 0,030, 0,040, 0,050 мг меди.

К каждому раствору прибавляют по 5 см^3 раствора аммиака, 5 см^3 раствора N,N-диэтилдитиокарбамата натрия, объемы растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Растворы фотометрируют при длине волны 410—450 нм (λ_{max} = 436 нм) по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно таким же образом, но без введения меди.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенные в растворы сравнения массы меди в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

3.6.3. *Проведение анализа*

2,00 г препарата химически чистый и чистый для анализа или 1,00 г препарата чистый помещают в стакан или коническую колбу, растворяют на водяной бане при 50 °С в 30—35 см^3 воды. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу, прибавляют 5 см^3 раствора аммиака, 5 см^3 раствора N,N-диэтилдитиокарбамата натрия, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как описано в п. 3.6.2.

Растворы фотометрируют по п. 3.6.2.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу меди в анализируемом растворе в миллиграммах.

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг,

для препарата чистый — 0,050 мг.

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

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

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли меди определение заканчивают фотометрически.

3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319 сероводородным методом. При этом 2,00 г препарата помещают в платиновый (ГОСТ 6563) или фарфоровый тигель, смачивают 2 см³ серной кислоты и обугливают на песчаной бане или электроплитке до полного прекращения выделения паров серной кислоты. Затем тигель помещают в муфельную печь и прокаливают в течение 1 ч при температуре не выше 650 °С до получения белого остатка. К остатку прибавляют 3 см³ соляной кислоты и 1 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 0,7 см³ соляной кислоты, 20 см³ воды и растворяют при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают, переносят, в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 30 см³), нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге, доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония, 10 см³ сероводородной воды, закрывают пробкой и перемешивают.

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 химически чистый — 0,02 мг Pb,

для препарата чистый для анализа — 0,10 мг Pb,

для препарата чистый — 0,10 мг Pb,

1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония и 10 см³ сероводородной воды.

При необходимости в результат определения вносят поправку, определяемую контрольным опытом.

3.8. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 250 см³ (с меткой на 100 см³) и растворяют в горячей (80—90 °С) дистиллированной воде, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517). После охлаждения этой же водой доводят объем раствора до метки, перемешивают и измеряют pH на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 pH.

Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,1 pH.

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

3.2—3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

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

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

4.2. Препарат транспортируют как неопасный груз всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

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

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ САНИТАРИИ

5.1. 2-водная динатриевая соль этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты может вызывать раздражение кожных покровов, слизистых оболочек глаз и дыхательных путей.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. При отборе проб и анализе препарата необходимо пользоваться респираторами, резиновыми перчатками и защитными очками. Работы проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

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

Р.12. Динатриевая соль (этилендинитрило)-тетрауксусной кислоты 2-водная $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8{\cdot}2H_2O$

Относительная молекулярная масса: 372,24

Р.12.1. Технические требования

pH раствора образца с массовой долей 5 %	4—5
Массовая доля $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8{\cdot}2H_2O$, %, не менее	99,0
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,004
Массовая доля нитрилотриуксусной кислоты ($C_6H_6NO_6$), %, не более	0,05
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,02
Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005
Массовая доля железа, (Fe), %, не более	0,001
Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,001

Р.12.2. Методы анализа

Р.12.2.1. *Определение pH раствора образца с массовой долей 5 %*

pH раствора образца определяют в соответствии с ОМ 31.1*, используя стеклянный индикаторный электрод.

Р.12.2.2. *Определение массовой доли* $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8{\cdot}2H_2O$

Взвешивают около 1 г образца с погрешностью 0,0001 г и растворяют приблизительно в 50 см^3 воды.

К этому раствору прибавляют 10 см^3 буферного раствора, указанного ниже, и титруют титрованным раствором хлористого цинка c (1/2 $ZnCl_2$) = 0,2 моль/дм^3 до появления розовой окраски в присутствии эриохрома черного Т, смесь. Смесь готовят следующим образом: 1 г эриохрома черного Т растирают со 100 г хлористого натрия в мелкий порошок.

1,00 см^3 раствора хлористого цинка c (1/2 $ZnCl_2$) = 0,2 моль/дм^3 соответствует 0,03722 г $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8{\cdot}2H_2O$.

Буферный раствор: растворяют 67,5 г хлористого аммония в 150 см^3 воды, прибавляют 800 см^3 раствора аммиака, разбавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Р.12.2.3. *Определение массовой доли хлоридов*

Растворяют 2,5 г образца в 40 см^3 теплой воды, прибавляют 3 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, охлаждают, отфильтровывают и применяют ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 10 см^3 хлоридного РС II/10 см^3 $\hat{=}$ 0,004 % Cl. Хлоридный РС II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.

Р.12.2.4. *Определение массовой доли нитрилотриуксусной кислоты*

Растворяют 2 г образца в 35 см^3 воды и с помощью раствора соляной кислоты с массовой долей 20 % устанавливают pH раствора 2. Кипятят в течение 30 мин и охлаждают. Прибавляют раствор гидроокиси натрия с массовой долей 20 % до установления pH раствора 10—11.

По капле прибавляют раствор хлористого кадмия с массовой долей 5 %, поддерживая pH в интервале 10—11, до образования тонкого белого осадка. Фильтруют, промывают осадок и разбавляют объединенный фильтрат и промывные воды до 100 см^3. К 50 см^3 прибавляют 0,5 мг нитрилотриуксусной кислоты и проводят полярографический анализ в соответствии с ОМ 32* относительно оставшихся 50 см^3, при начальном потенциале E = —0,6В.

Высота пика анализируемого раствора без добавки нитрилотриуксусной кислоты не должна превышать половину высоты пика раствора, содержащего добавку нитрилотриуксусной кислоты.

Р.12.2.5. *Определение массовой доли сульфатов*

Берут 0,5 г образца, смешивают с 0,2 г безводного углекислого натрия и прокаливают в платиновом тигле. Растворяют остаток в 1 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 20 % и 19 см^3 воды и применяют ОМ 3*.

Готовят контрольный раствор, используя 10 см^3 сульфатного РС II (10 см^3 $\hat{=}$ 0,02 % SO_4). Сульфатный РС II готовят непосредственно перед употреблением и разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,81 г K_2SO_4 растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.

---

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

Р.12.2.6. *Определение массовой доли меди, железа и свинца*

Определение этих элементов проводят в соответствии с ОМ 29* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Cu	10	Воздух-ацетилен	324,7
Fe			248,3
Pb			217,0 или 283,3

МС ИСО 6353-1—82

5.2. Анализ хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем испытуемого раствора (Р.12.2.3) подкисляют 1 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 см^3 раствора азотнокислого серебра с массовой долей около 1,7 %.

Смеси дают стоять 2 мин, после чего сравнивают ее опалесценцию с опалесценцией смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.3. Анализ сульфатов (ОМ 3)

0,25 см^3 раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 30 % смешивают с 1 см^3 раствора 2-водного хлористого бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем испытуемого раствора (Р.12.2.5), предварительно подкисленный 0,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %.

Смеси дают стоять 5 мин. Ее помутнение сравнивают с помутнением смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

5.29.1. *Общие указания*

Испытуемый образец или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, 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 подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. Методика

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 обычно 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) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

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

5.31. Потенциометрия (ОМ 31)

5.31.0. *Общие указания*

В основе потенциометрических методов обычно лежит измерение электродвижущей силы гальванического элемента, состоящего из следующих электродов и полуэлементов:

а) индикаторный электрод, погруженный в анализируемый раствор; его потенциал зависит от природы анализируемого вещества и от концентрации анализируемого раствора;

в) электрод сравнения, характеризующийся постоянной величиной потенциала.

Электродвижущая сила такого гальванического элемента зависит от концентрации анализируемого раствора. Если потенциал электрода сравнения относительно водородного электрода известен, концентрация анализируемого раствора может быть рассчитана по измеренному значению электродвижущей силы. Если концентрация анализируемого раствора изменяется, например при титровании, электродвижущая сила будет также изменяться таким образом, что момент окончания титрования можно определить по графику зависимости потенциала от объема или массы добавленного титранта, или от времени проведения электролиза.

5.31.1. *Определение pH (ОМ 31.1)*

5.31.1.1. *Общие положения*

Рассмотрим гальванический элемент (электрод сравнения) — насыщенный раствор KCl/раствор $R/Pt/H_2$. Пусть растворы R_1 и R_2 — буферные растворы с известными значениями pH — соответственно pH_{R_1} и pH_{R_2}, для которых измеренные разности потенциалов составляют соответственно E_1 и E_2.

---

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

Если раствор R в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным pH, то по разности 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 рассчитана по следующим формулам:

$$\frac{E_1 - E_{\text{анал}}}{S} + \text{pH}_{R_1},$$

$$\frac{E_2 - E_{\text{анал}}}{S} + \text{pH}_{R_2},$$

где $E_{\text{анал}}$ — электродвижущая сила гальванического элемента с исследуемым раствором;

S — угловой коэффициент.

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

5.31.1.2. *Аппаратура*

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

5.31.1.3. *Калибровка*

pH-метр калибруют, используя подходящие pH буферные растворы (растворы с известной активностью ионов водорода), некоторые из которых перечислены ниже:

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 выше буферных растворов в интервале температур 15—35 °С.

Таблица 3

Значения pH

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

5.31.1.4. *Методика*

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

Одновременно готовят два буферных раствора. Предполагаемое значение pH анализируемого раствора находится между значениями pH этих буферных растворов. Температуру всех трех растворов, а также ячейки прибора устанавливают равной (25±1) °С.

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

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

5.32. Полярография одноцикличная (ОМ 32)

5.32.1. *Общие указания*

Полярография одноцикличная — одна из форм полярографии с использованием постоянного тока и капающего ртутного электрода. К каждой капле ртути в самый последний момент перед отрывом от электрода прикладывается развертка потенциала.

Электрохимическая реакция протекает в диапазоне приложенного к электроду потенциала, при этом на экране электронно-лучевой трубки возникает пикообразный сигнал, характеризующий изменение силы тока.

Большая скорость развертки потенциала обусловливает форму сигнала и его высокую чувствительность. Поскольку во время прохождения развертки потенциала размер капли практически постоянен, емкостный ток мал по отношению к электрохимическому (фарадеевскому) току. Описанный метод является скоростным и характеризуется большей чувствительностью и разрешающей способностью по сравнению с обычной полярографией постоянного тока.

Готовят исследуемый раствор, содержащий заданное количество фонового электролита, в соответствии с описанием анализа данного конкретного вещества. Полученный раствор помещают в сосуд для полярографии, помещенный в водяную баню. Затем через исследуемый раствор барботируют очищенный азот для удаления растворенного кислорода и подбирают подходящий исходный потенциал и чувствительность по току. Высоты пиков, характеризующие состав исследуемого раствора, регистрируют на экране электронно-лучевой трубки.

Подробности проведения эксперимента можно найти в описании анализа конкретного вещества.

Примечание. В международном стандарте ИСО 6353 применяются следующие сокращения: Р — реактив; ОМ — общий метод анализа;

РС — раствор сравнения.

Нумерация реактивов и общих методов анализа соответствует нумерации в МС ИСО 6353-2—83 и МС ИСО 6353-1—82.

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Введено дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 04.04.73 № 817**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 10652—63**

4. **Стандарт предусматривает прямое применение раздела 12 (Р.12) международного стандарта ИСО 6353-2—83 «Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия. Первая серия»**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	3.2.1; 3.2.4.1; 3.3.1; 3.4; 3.5а.1.1; 3.6.1	ГОСТ 6563—75	3.7
		ГОСТ 6709—72	3.2.1; 3.2.4.1; 3.3.1; 3.5а.1.1; 3.6.1
ГОСТ 3760—79	3.6.1	ГОСТ 8864—71	3.6.1
ГОСТ 3773—72	3.2.1	ГОСТ 9147—80	3.2.4.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1	ГОСТ 10398—76	3.2.1
ГОСТ 4174—77	3.2.1	ГОСТ 10555—75	3.5
ГОСТ 4199—76	3.2.1	ГОСТ 10671.7—74	3.4
ГОСТ 4212—76	3.5а.1.1; 3.6.1	ГОСТ 17319—76	3.7
ГОСТ 4236—77	3.2.4.1	ГОСТ 18300—87	3.2.4.1
ГОСТ 4461—77	3.2.4.1	ГОСТ 25336—82	3.2.1; 3.2.4.1; 3.3.1; 3.4; 3.5а.1.1; 3.5; 3.6.1; 3.8
ГОСТ 4517—87	3.2.1; 3.5а.1.1; 3.8		
ГОСТ 4919.1—77	3.2.4.1	ГОСТ 27025—86	3.1а

6. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 16.08.91 № 1363**

7. **ИЗДАНИЕ (декабрь 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1978 г., августе 1991 г. (ИУС 2—79, 11—91)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 15.01.2007. Формат 60 × 84$^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,50. Тираж 85 экз. Зак. 32. С 3575.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru