МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 27567— 2022

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

Метод определения примеси веществ, восстанавливающих перманганат калия

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» — ИРЕА)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 апреля 2022 г. № 150-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 сентября 2022 г. № 998-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 27567—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 27567—87

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор проб 2
4 Общие требования 2
5 Аппаратура, реактивы, растворы 3
6 Подготовка к испытанию 3
7 Проведение анализа 4
8 Обработка результатов 5

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

Метод определения примеси веществ, восстанавливающих перманганат калия

Superpure substances.
Method for determination of substances reducing potassium permanganate

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на жидкие особо чистые вещества и устанавливает фотометрический метод определения веществ, восстанавливающих перманганат калия, в пределах массовых долей от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $7 \cdot 10^{-4}$ % в пересчете на кислород (O).

Метод основан на восстановлении ионов Mn (VII) до ионов Mn (II) окисляющими веществами в кислой среде (путем применения серной кислоты) и последующем фотометрическом определении непрореагировавшего перманганата калия.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3885 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия*

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 22180 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

Пробу испытуемого вещества отбирают в соответствии с правилами отбора проб по ГОСТ 3885 и указаниями, изложенными в соответствующем разделе нормативно-технической документации на конкретный продукт.

4 Общие требования

4.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

4.2 Масса навески испытуемого вещества — не более 20 г.

4.3 Объем испытуемого вещества, способ подготовки пробы и условия проведения испытания должны быть указаны в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

4.4 Для хранения исходных растворов и воды, применяемой для их приготовления, а также для проведения испытания используют посуду из химически инертных полимерных материалов (например, из фторопласта, полиэтилена высокого давления), кварцевого стекла или стеклоуглерода.

4.5 При определении веществ, восстанавливающих перманганат калия используют реактивы квалификации х. ч., если в нормативно-технической документации на испытуемое вещество нет других указаний. Допускается применять реактивы наивысшей степени чистоты, выпускаемые промышленностью, или специально очищенные реактивы.

4.6 При проведении испытаний следует исключить внесение неконтролируемых загрязнений (из атмосферы, лабораторной посуды, реактивами и т. д.).

4.7 Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками и испытательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а химических реактивов и воды — по качеству, не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.8 При определении веществ, восстанавливающих перманганат калия, соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 % при 25 °С;
- частота переменного тока — (50,0 ± 0,4) Гц;
- напряжение в сети — (220 ± 22) В.

4.9 При выполнении измерений соблюдают следующие требования к безопасности:

- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;

- требования, изложенные в эксплуатационной документации на средства измерений и вспомогательное оборудование.

4.10 Помещение, в котором проводят работы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.11 К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены операторы, имеющие высшее или среднее специальное образование, или опыт работы в лаборатории.

Оператор должен быть знаком с устройством средств измерений, операциями, проводимыми при подготовке, выполнении измерений и обработке результатов.

5 Аппаратура, реактивы, растворы

Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий проводить измерения оптической плотности в диапазоне длин волн 400—800 нм.

Кювета с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Термостат любого типа, с точностью поддержания температуры ±0,5 °С.

Секундомер любого типа.

Бюретка 1(2)-1-2-5-0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1-2-25 по ГОСТ 29169.

Колба 2-25-2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или эквивалентной чистоты, дважды дистиллированная или деионизированная и перегнанная с применением калия перманганата; хранят не более 24 ч.

Калия перманганат (калий марганцовокислый) по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 и 0,01 моль/дм^3, свежеприготовленный, готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 16 %, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4517.

6 Подготовка к испытанию

6.1 Подготовка посуды

6.1.1 Перед использованием новую лабораторную посуду обрабатывают серной кислотой и промывают водой.

Бывшую в употреблении посуду и кюветы обрабатывают перед испытанием по одному разу растворами щавелевой и соляной кислот, затем промывают водой до отрицательной реакции на хлориды.

6.1.2 Чистоту лабораторной посуды проверяют путем анализа воды, полученной после последней промывки. Лабораторную посуду считают чистой, если нельзя установить разницы в содержании определяемых элементов, указанных в документе по стандартизации на испытуемое вещество в воде, используемой для промывки, и в воде от последней промывки.

6.2 Приготовление градуировочных растворов

6.2.1 Растворы готовят в небольших количествах и используют в течение недели.

6.2.2 Готовят серию градуировочных растворов. В десять мерных колб вместимостью 25 см^3 каждая помещают соответствующие объемы основного раствора перманганата калия концентрации 0,01 моль/дм^3, отобранные с помощью бюретки, указанные в таблице 1. Объем в колбе доводят водой до метки и перемешивают.

Помещают колбы в термостат и выдерживают при температуре (20,0 ± 0,5) °С в течение 15 мин, помешивая время от времени, если в нормативно-технической документации на испытуемое вещество нет других указаний.

Таблица 1

№ серии	Объем основного раствора перманганата калия концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,01 моль/дм^3, см^3	Масса кислорода (О)·10^{-6}, г
1	2,50	0
2	2,25	20
3	2,00	40
4	1,75	60
5	1,50	80
6	1,25	100
7	1,00	120
8	0,75	140
9	0,50	160
10	0,25	180

6.3 Построение градуировочного графика

Не позднее чем через 25 мин проводят фотометрические измерения градуировочных растворов по отношению к воде. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 500—550 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, начиная с раствора, имеющего наименьшую концентрацию перманганата калия.

Строят график, откладывая по оси абсцисс количество кислорода (О)·10^{-6} в граммах, содержащиеся в 25 см^3 градуировочного раствора, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности. При этом следует учитывать обратную зависимость между концентрацией перманганата и массой кислорода.

Примечание — При отсутствии компьютерной программы для построения и обработки данных, масштаб по оси абсцисс: 10 мм = 10 г, по оси ординат: 100 мм = 0,5 ед. оптической плотности.

6.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики заключается в определении параметров этой характеристики через установленные промежутки времени, сопоставлении их с первоначальными параметрами и оценке на этой основе возможности продолжения текущих измерений.

Периодичность контроля определяется частотой использования методики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится в соответствии с графиком контроля и при каждой смене реактивов. Средствами контроля являются градуировочные растворы-образцы для градуировки. Для контроля готовят не менее трех образцов для градуировки по 6.2.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если расхождение между заданным и измеренным значениями массы кислорода в образце для градуировки не превышает допускаемое относительное расхождение ±10 %.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного из образцов для градуировки, выполняют повторное приготовление и измерение этого образца. При повторном обнаружении нестабильности строят новый градуировочный график.

7 Проведение анализа

Аликвоту пробы испытуемого вещества объемом, указанным в нормативно-технической документации на испытуемое вещество, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, добавляют, если необходимо, объем раствора серной кислоты, указанный в нормативно-технической документации на испытуемое вещество, доводят объем раствора водой до 22 см^3, перемешивают, добавляют из бюретки 2,50 см^3 раствора перманганата калия концентрации 0,01 моль/дм^3, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Колбу помещают в термостат и выдерживают при температуре

(20,0 ± 0,5) °С в течение 15 мин, помешивая время от времени, если в нормативно-технической документации на испытуемое вещество нет других указаний. Одновременно готовят раствор испытуемого вещества без добавления раствора перманганата калия.

Не позднее чем через 25 мин проводят измерения оптической плотности анализируемого раствора по отношению к раствору испытуемого вещества без добавления раствора перманганата калия. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 500—550 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Массу кислорода в граммах определяют с помощью градуировочного графика по полученным значениям оптической плотности.

8 Обработка результатов

Обработку результатов измерений массовой доли веществ, восстанавливающих перманганат калия, в пересчете на кислород выполняют следующим образом.

Массовую долю веществ, восстанавливающих перманганат калия, в пересчете на кислород (X), в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1}, \quad (1)$$

где m — масса кислорода, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса испытуемого вещества, г.

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, установленных в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

Допускаемую суммарную погрешность определения и допускаемые расхождения между результатами параллельных определений устанавливают в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

Если в нормативно-технической документации на испытуемое вещество приведена массовая доля веществ, восстанавливающих перманганат калия, в пересчете не на кислород, а на другие соединения, то пересчет этой величины проводят, как указано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

УДК 54-482:543.06:006.354 МКС 71.040.50

Ключевые слова: вещества особо чистые жидкие, определение примесей, фотометрический метод, перманганат калия

Редактор *Д.А. Кожемяк*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 27.09.2022. Подписано в печать 30.09.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru