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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
10398—
2016**

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

Комплексонометрический метод определения основного вещества

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2016 г. № 1639-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10398—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10398—76

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2019 г.

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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 Сущность метода 2
4 Общие требования 2
5 Реактивы и оборудование 4
6 Подготовка к анализу 6
7 Проведение анализа 7
8 Обработка результатов 12
Приложение А (рекомендуемое) Подготовка к анализу и анализ отдельных труднорастворимых в воде продуктов 13

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

Комплексонометрический метод определения основного вещества

Reagents and superpure substances. Complexonometric method for determination of main substance

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и особо чистые вещества (далее — продукты) и устанавливает комплексонометрический метод определения содержания основного вещества в соединениях, в состав которых входят следующие элементы:

алюминий,
барий,
ванадий (V),
висмут,
галлий,
железо (III),
индий,
кадмий,
кальций,
кобальт,
лантан,
магний,
марганец (II),
медь,
молибден (VI),
никель,
свинец,
скандий,
стронций,
титан (IV),
цинк,
цирконий

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4174—77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4456—75 Реактивы. Кадмий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

Издание официальное

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5841—74 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 5848—73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 6563—2016 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Реактивы. Калий пиросернокислый

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования**

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с этилендиамин-N, N ,N', N'-тетрауксусной кислотой (ЭДТА).

Различные элементы, независимо от валентности, реагируют с динатриевой солью этилендиамин N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (ди-Na-ЭДТА) в молярном соотношении 1:1, за исключением молибдена, который реагирует с ди-Na-ЭДТА в молярном соотношении 2:1, и циркония, который, в зависимости от условий, может давать соединения в молярных соотношениях 1:1 и 2:1.

Настоящий стандарт предусматривает два типа комплексонометрического титрования: прямое и обратное. Точку эквивалентности при титровании определяют с помощью соответствующего индикатора.

4 Общие требования

4.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При проведении взвешивания применяют лабораторные весы II класса точности по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

4.2 Массу навески анализируемого продукта m, г, вычисляют по формуле

$$m = \frac{MC(27 \pm 2)}{n \cdot 1000}, \quad (1)$$

где M — молярная масса анализируемого продукта, г/моль;

C — концентрация применяемого для титрования раствора ди-Na-ЭДТА (0,05 или 0,01), моль/дм^3;

(27 ± 2) — примерный объем раствора ди-Na-ЭДТА, необходимый для титрования навески анализируемого продукта, см^3;

n — количество атомов определяемого элемента в молекуле анализируемого продукта.

4.3 При определении соединений с неопределенным составом (некоторые гидроксиды, кристаллогидраты, основные карбонаты), когда нормируется массовая доля части определяемого соединения или металла (катиона), массу навески m_1, г, вычисляют по формуле

$$m_1 = \frac{AC(27 \pm 2) \cdot 100}{bn \cdot 1000}, \quad (2)$$

где A — молярная масса определяемого элемента или молярная масса определяемой части соединения, г;

C — молярная концентрация применяемого для титрования раствора ди-Na-ЭДТА (0,05 или 0,01), моль/дм^3;

b — норма массовой доли определяемого элемента или части соединения, %;

n — количество атомов элемента, входящих в определяемую часть соединения.

4.4 Навеску анализируемого продукта взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака в стаканчике для взвешивания. Труднорастворимые продукты предварительно тщательно растирают в агатовой или яшмовой ступке.

4.5 Рассчитанную навеску растворимых в воде продуктов растворяют в 70—80 см^3 воды и проводят анализ в соответствии с разделом 7.

Когда необходима дополнительная предварительная обработка анализируемого продукта, ее проводят по приложению А.

При отсутствии дополнительных указаний в приложении А, а также при анализе сильных комплексообразователей предварительная обработка должна быть указана в нормативном документе или технической документации на анализируемый продукт.

4.6 Доведение pH анализируемых растворов до требуемого значения проводят на универсальном иономере в отдельной пробе, измеряя объем реактива, необходимый для установления заданного значения pH. Полученный объем реактива прибавляют в анализируемый раствор, и далее определение проводят в соответствии с разделом 7.

Допускается в нормативном документе или технической документации на анализируемый продукт указывать способ проверки pH.

4.7 Для приготовления титрованных, буферных и вспомогательных растворов навеску взвешивают в граммах с точностью до второго десятичного знака. Приготовленные растворы тщательно перемешивают. Коэффициент поправки титрованных растворов должен быть в пределах 1,00 ± 0,03. Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака после запятой и проверяют не реже одного раза в месяц. pH буферных растворов проверяют на универсальном иономере и при необходимости прибавляют кислоту, щелочь или водный аммиак для достижения соответствующего pH.

4.8 Навески индикаторов для приготовления растворов или индикаторных смесей взвешивают в граммах с точностью до третьего десятичного знака.

Растворы индикаторов готовят по ГОСТ 4919.1.

Индикаторные смеси готовят следующим образом: 0,250 г индикатора растирают в ступке с 25 г хлористого натрия, или хлористого калия, или азотнокислого калия, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г.

4.9 Титрование проводят с использованием бюретки 2-го класса точности вместимостью 50 см^3 в конических колбах вместимостью от 250 до 750 см^3.

Объемы титрованных растворов, а также взятую для анализа часть анализируемых растворов отмеряют с помощью пипеток или бюреток 2-го класса точности.

Объемы растворов индикаторов отмеряют пипетками, объемы растворов реактивов — пипетками или цилиндрами, объемы воды — цилиндрами или мензурками.

4.10 При установке коэффициента поправки титрованных растворов и в других случаях, когда требуется титрование с объемом капли 0,01—0,02 $см^3$, на бюретку надевают наконечник из полиэтиленовой трубки с оттянутым капиллярным концом.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Бюретка 1(2) —1(2)-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колба Кн-2-250-34 ТХС, Кн-2-500-40 ТХС и Кн-2-750-50 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы 1(2)-100(250,1000)-2 по ГОСТ 1770.

Мензурки по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169.

Стаканы из термически и химически стойкого стекла группы ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Тигли кварцевые по ГОСТ 19908 или стеклоуглеродные.

Чашка типа ЧВК по ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные по ГОСТ 9147.

Чашки из платины по ГОСТ 6563.

Цилиндры по ГОСТ 1770.

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий диоксида углерода; готовят по ГОСТ 4517. Соответствующим разбавлением готовят растворы с массовой долей 10 % и растворы в объемном соотношении 1:5 и 1:1.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (ди-Na-ЭДТА) по ГОСТ 10652, растворы молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ и c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,01 моль/$дм^3$.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456, раствор молярной концентрации c [1/3 ($3CdSO_4 \cdot 8H_2O$)] = = 0,05 моль/$дм^3$; готовят следующим образом: 12,82 г реактива помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в воде, прибавляют 0,1 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 16 %, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363 и раствор молярной концентрации c (KOH) = 1 моль/$дм^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная, раствор в объемном соотношении 1:1 и раствор с массовой долей 25 % (готовят по ГОСТ 4517).

Кислота борная по ГОСТ 9656, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная, и растворы в объемном соотношении 1:1 и с массовой долей 16 % (готовят по ГОСТ 4517).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная, растворы в объемном соотношении 1:1 и с массовой долей 3,5 и 25 % (готовят по ГОСТ 4517).

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная, растворы в объемном соотношении 1:10 и с массовой долей 6 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 (ч.д.а), раствор с массовой долей 50 %, не содержащий карбонатов; готовят по ГОСТ 4517. Соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой долей 4 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 (ч.д.а), раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$; готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, раствор молярной концентрации c ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) = 0,05 моль/дм^3.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199 (ч.д.а) и раствор молярной концентрации c ($NaCH_3COO \cdot 3H_2O$) = 1 моль/дм^3 и раствор с массовой долей 13,5 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 (ч.д.а).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277 (ч.д.а), раствор с массовой долей от 1,5 % до 2 %.

Смесь кислот азотной и соляной в объемном соотношении 1:3.

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

Уротропин фармакопейный, сухой и раствор с массовой долей 20 %.

Цинк по ГОСТ 3640 (марки ЦВ и ЦО в чушках).

Соль цинка, раствор молярной концентрации точно 0,05 моль/дм^3; готовят по 6.1.1 (для определения коэффициента поправки раствора ди-Na-ЭДТА).

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174 (ч.д.а), раствор молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 моль/дм^3; готовят по 6.1.3.

5.2 Индикаторы

Бериллон II, раствор с массовой долей 0,05 %, годен в течение 30 сут.

Бумага индикаторная универсальная для определения pH.

Бумага индикаторная «конго».

Бумага индикаторная лакмусовая нейтральная.

Вариаминовый синий Б, индикаторная смесь.

Глицинтимоловый синий, индикаторная смесь, хранят в герметично закрытой банке из темного стекла.

Кальцеин (флуорексон), раствор с массовой долей 0,1 %, годен в течение 7 сут; индикаторная смесь, хранят в герметично закрытой банке из темного стекла.

Кальмагит (индикаторная смесь).

Кальцион, раствор с массовой долей 0,1 %, годен в течение 30 сут.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 10 %.

Ксиленоловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %, годен в течение 14 сут; индикаторная смесь, хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Метилтимоловый синий (индикаторная смесь), хранят в герметично закрытой банке из темного стекла.

Мурексид (индикаторная смесь), хранят в герметично закрытой банке из темного стекла.

ПАР [4-(2-пиридилазо)-резорцин], раствор с массовой долей 0,1 %.

Пирокатехиновый фиолетовый, раствор с массовой долей 0,1 %, годен в течение 30 сут (индикаторная смесь); хранят в герметично закрытой банке из темного стекла.

Сульфарсазен, раствор с массовой долей 0,05 % в растворе 10-водного тетраборнокислого натрия молярной концентрации c ($Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, годен в течение 30 сут.

ТАР [4-(2-тиазолилазо)-резорцин], раствор с массовой долей 0,1 %.

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

Фталеиновый пурпурный (фталеинкомплексон, крезолфталексон), раствор с массовой долей 0,5 %.

5.3 Буферные растворы

Буферный раствор I (pH 9,5—10,0); 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.

Буферный раствор II (pH 5,5—6,0); готовят следующим образом: 550 г 3-водного уксуснокислого натрия растворяют в горячей воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, при необходимости фильтруют и прибавляют 10 см^3 концентрированной уксусной кислоты.

Буферный раствор III (pH 3); готовят следующим образом: 26,5 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % смешивают с 45 см^3 муравьиной кислоты и доводят объем раствора водой до 1 дм^3.

Буферный раствор IV (pH 2); готовят следующим образом: 200 $см^3$ раствора 3-водного уксуснокислого натрия с массовой долей 13,5 % и 210 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 % смешивают и доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$.

6 Подготовка к анализу

6.1 Приготовление титрованных растворов

6.1.1 Раствор соли цинка молярной концентрации точно 0,05 моль/$дм^3$ (для установки коэффициента поправки раствора ди-Na-ЭДТА) готовят следующим образом: предварительно свежеочищенный стальным ножом от окиси цинк измельчают в стружку и сразу же 3,2690 г цинка помещают в фарфоровую чашку или в стакан и растворяют при медленном нагревании на водяной бане в смеси 100 $см^3$ воды и 15 $см^3$ концентрированной азотной или соляной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом или чашкой. Затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до 3—4 $см^3$. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора водой до метки. Раствор годен в течение 30 сут.

6.1.2 Раствор ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ готовят следующим образом: 18,62 г ди-Na-ЭДТА помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор ди-Na-ЭДТА молярной концентрацией c (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/$дм^3$ готовят точным разбавлением водой раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрацией c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$.

Растворы хранят в полиэтиленовых или стеклянных, парафинированных изнутри сосудах.

Ди-Na-ЭДТА испытывают на пригодность для титрования следующим образом: 25 $см^3$ раствора сернокислого кадмия молярной концентрацией c [1/3 ($3CdSO_4 \cdot 8H_2O$)] = 0,05 моль/$дм^3$ помещают в коническую колбу, прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора I и 70 $см^3$ воды. К раствору прибавляют 0,4 $см^3$ раствора сульфарсазена и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до перехода розовой окраски в лимонно-желтую.

Раствор ди-Na-ЭДТА считают пригодным для комплексонометрического титрования, если четкий переход окраски будет наблюдаться не более чем от двух капель раствора ди-Na-ЭДТА.

Если переход окраски нечеткий (более двух капель раствора ди-Na-ЭДТА) или недостаточно заметен, для анализа используют другую партию индикатора. Если после замены партии индикатора переход окраски нечеток, то используют для приготовления раствора ди-Na-ЭДТА другую партию ди-Na-ЭДТА.

Коэффициент поправки для раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрацией c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,05 моль/$дм^3$ определяют по раствору соли цинка следующим образом: 25 $см^3$ раствора соли цинка молярной концентрации точно 0,05 моль/$дм^3$ помещают в коническую колбу, прибавляют 70 $см^3$ воды, 5 $см^3$ буферного раствора I, 0,4 $см^3$ раствора сульфарсазена или приблизительно 1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т. Раствор перемешивают и титруют из бюретки с наконечником (см. 4.10) раствором ди-Na-ЭДТА до перехода оранжево-розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении сульфарсазена) или фиолетово-красной окраски в синюю (при применении эриохрома черного Т).

Коэффициент поправки для раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,05 моль/$дм^3$ K вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование, $см^3$.

Коэффициент поправки для раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,01 моль/$дм^3$ (K') вычисляют, внося в коэффициент поправки раствора молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) 0,05 моль/$дм^3$ (K) поправку на объем посуды, применяемой при разбавлении.

Примечание — Для определения коэффициента поправки раствора ди-Na-ЭДТА допускается применять другой металл или его соединения, а также другие индикаторы при других значениях pH растворов.

В этом случае условия определения коэффициента поправки должны быть приведены в нормативном документе или технической документации на анализируемый продукт.

6.1.3 Раствор 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = = 0,05 моль/дм^3 готовят следующим образом: 14,38 г 7-водного сернокислого цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 1 см^3 концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Коэффициент поправки раствора определяют следующим образом: 25 см^3 раствора 7-водного сернокислого цинка помещают в коническую колбу, прибавляют приблизительно 70 см^3 воды, 5 см^3 буферного раствора I, 0,4 см^3 раствора сульфарсазена или около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,05 моль/дм^3 до перехода оранжевато-розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении сульфарсазена) или фиолетовой окраски раствора в синюю (при применении эриохрома черного Т).

Коэффициент поправки раствора 7-водного сернокислого цинка молярной концентрацией c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 моль/дм^3 K_1 вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{VK}{25}, \quad (4)$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

К — коэффициент поправки раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,05 моль/дм^3.

7 Проведение анализа

7.1 Соединения алюминия

Раствор (pH 2,5—3,0), содержащий навеску соединения алюминия, соответствующую 40—43 мг Al, помещают в коническую колбу, прибавляют 40 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, 15 см^3 буферного раствора II и кипятят 5 мин, после чего раствор охлаждают, прибавляют 0,3 см^3 раствора ксиленолового оранжевого или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в устойчивую розово-фиолетовую.

7.2 Соединения бария

Раствор, содержащий навеску соединения бария, соответствующую 190—220 мг Ba, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют из бюретки 20—22 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, 6 см^3 раствора гидроокиси калия (до pH 12,2—12,3), 1 см^3 раствора кальцеина или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси кальцеина и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до резкого снижения интенсивности желтовато-зеленой флуоресценции с установлением постоянного остаточного свечения, наблюдаемого при освещении ультрафиолетовыми лучами, либо при дневном освещении на черном фоне (розовая окраска со слабой зеленоватой флуоресценцией).

Допускается также проводить титрование в присутствии индикаторной смеси метилтимолового синего.

7.3 Соединения ванадия

Навеску соединения ванадия, соответствующую 90—100 мг V, растворяют в 4 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % при нагревании до кипения в стакане, накрытом часовым стеклом или чашкой; после этого стекло смывают водой, собирая ее в тот же стакан.

Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % (до pH 5), прибавляют 10 см^3 буферного раствора II, кипятят 5 мин, охлаждают, прибавляют около 70 см^3 воды, прибавляют 0,4 см^3 раствора пирокатехинового фиолетового или около 0,1 г индикаторной смеси пирокатехинового фиолетового и титруют из бюретки с наконечником (см. 4.10) раствором 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = = 0,05 моль/дм^3 до начала изменения лимонно-желтой окраски раствора.

7.4 Соединения висмута

Навеску соединения висмута, соответствующую 260—270 мг Bi, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 4,5 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и доводят объем раствора водой до метки.

25 см^3 полученного раствора (pH 1,4—1,6) помещают в коническую колбу, прибавляют около 75 см^3 воды, прибавляют 0,2 см^3 раствора ксиленолового оранжевого или 0,3 см^3 раствора пирокатехинового фиолетового или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси пирокатехинового фиолетового и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм^3 до перехода розовой (при применении ксиленолового оранжевого) в лимонно-желтую или синей (при применении пирокатехинового фиолетового) окраски раствора в желтую.

7.5 Соединения галлия

Раствор, содержащий навеску соединения галлия, соответствующую 85—90 мг Ga, помещают в коническую колбу, добавляют воду до 100 см^3 и прибавляют из бюретки 30 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3. Затем прибавляют по каплям при постоянном перемешивании раствор аммиака 1:1 (до pH 5), 10 см^3 буферного раствора II, кипятят 5 мин, охлаждают, прибавляют 0,3 см^3 раствора ксиленолового оранжевого или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 моль/дм^3 до первого изменения желтой окраски раствора.

7.6 Соединения железа (III)

Раствор, содержащий навеску соединения железа, соответствующую 80—90 мг Fe и 9 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 %, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 200 см^3 (pH приблизительно 1,5) и прибавляют 1 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты. Раствор нагревают до температуры от 60 °С до 70 °С и, не охлаждая, титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 до перехода темно-вишневой окраски раствора в желтую. Окраску титруемого раствора сравнивают с окраской предварительно перетитрованного анализируемого раствора.

Примечание — Допускается проводить титрование в присутствии индикатора вариаминового синего Б. При этом к 100 см^3 раствора, содержащего 50—60 мг Fe, добавляют 5 см^3 буферного раствора III и нагревают на водяной бане до температуры 50 °С, затем добавляют 30—50 мг индикаторной смеси вариаминового синего Б и титруют раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 до перехода синей окраски раствора через фиолетовую в желтую.

7.7 Соединения индия

Раствор, содержащий навеску соединения индия, соответствующую 140—150 мг In и 0,15 см^3 раствора азотной кислоты 1:1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см^3 буферного раствора III, прибавляют 0,5 см^3 раствора ксиленолового оранжевого или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм^3 до перехода красной или фиолетово-красной окраски раствора в лимонно-желтую.

Окраску титруемого раствора сравнивают с окраской предварительно перетитрованного анализируемого раствора.

7.8 Соединения кадмия

Раствор, содержащий навеску соединения кадмия, соответствующую 160—180 мг Cd, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 5 см^3 буферного раствора I, 0,4 см^3 раствора сульфарсазена или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 до перехода розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении сульфарсазена) или красно-фиолетовой окраски в синюю (при применении эриохрома черного Т).

Допускается проводить титрование в присутствии индикаторной смеси метилтимолового синего.

7.9 Соединения кальция

Раствор, содержащий навеску соединений кальция, соответствующую 55—65 мг Ca, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ (до pH 12), 0,5 $см^3$ раствора кальциона и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до перехода розовой окраски в синюю.

Допускается также проводить титрование в присутствии 1 $см^3$ раствора кальцеина, индикаторных смесей метилтимолового синего или мурексида.

7.9.1 Титрование с кальцеином

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 100 $см^3$ воды, прибавляют из бюретки 25 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$, 6 $см^3$ раствора гидроокиси калия, 1 $см^3$ раствора кальцеина и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до резкого снижения интенсивности желтовато-зеленой флуоресценции и установления постоянного остаточного свечения, наблюдаемого при освещении ультрафиолетовым светом или при дневном свете на черном фоне (розовая окраска со слабой зеленоватой флуоресценцией).

7.9.2 Титрование с метилтимоловым синим или мурексидом

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 100 $см^3$ воды, прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора I, 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего или мурексида и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до перехода синей окраски раствора в серую (при применении индикатора метилтимолового синего) или оранжевой окраски в сине-фиолетовую (при применении индикатора мурексида).

Навеску фосфата кальция, помещенную в коническую колбу, растворяют в 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, добавляют 100 $см^3$ воды, прибавляют из бюретки рассчитанный объем раствора ди-Na-ЭДТА, 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего, прибавляют при необходимости раствор аммиака с массовой долей 25 % до синей окраски, прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора I и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до перехода синей окраски раствора в серую.

7.10 Соединения кобальта

Раствор, содержащий навеску соединения кобальта, соответствующую 82—95 мг Co, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 $см^3$ и нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора II, 0,3 $см^3$ раствора ксиленолового оранжевого или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до перехода фиолетовой окраски раствора в оранжевую (при определении кобальтинитрита натрия — красновато-фиолетовой окраски раствора в розово-оранжевую).

7.11 Соединения лантана

Раствор, содержащий навеску соединения лантана, соответствующую 170—200 мг La, помещают в коническую колбу, прибавляют из бюретки 20 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$, 3 г сухого уротропина, разбавляют водой до 100 $см^3$, прибавляют 0,5 $см^3$ раствора или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до первого изменения красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

7.12 Соединения магния

Раствор, содержащий навеску соединения магния, соответствующую 33—38 мг Mg, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора I, приблизительно 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т или 0,5 $см^3$ раствора бериллона II и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до перехода красновато-фиолетовой окраски раствора в синюю (при применении эриохрома черного Т) или синей окраски в фиолетовую (при применении бериллона II).

Раствор, содержащий навеску фосфата магния, титруют с эриохромом черным Т, сначала прибавляя из бюретки раствор ди-Na-ЭДТА до начала перехода окраски раствора от красно-фиолетовой к

синей, затем прибавляют буферный раствор I и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до перехода окраски раствора от красно-фиолетовой в синюю.

Допускается проводить титрование в присутствии индикатора метилтимолового синего. При этом навеску растворяют в 100 $см^3$ воды, добавляют 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего и раствор аммиака с массовой долей 10 % до появления синей окраски раствора (pH приблизительно 8), нагревают до 60 °С и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 $моль/дм^3$ до изменения синей окраски раствора в серую.

Допускается проводить титрование в присутствии индикаторной смеси кальмагита.

7.13 Соединения марганца

Раствор, содержащий навеску соединения марганца, соответствующую 72—82 мг Mn, помещают в коническую колбу, прибавляют 5 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина, из бюретки 20 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 $моль/дм^3$, доводят объем раствора водой до 100 $см^3$ и перемешивают. Затем прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора I и приблизительно 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего. После перемешивания раствор тотчас же дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до перехода синей окраски раствора в серую.

Допускается проводить титрование в присутствии индикатора эриохрома черного Т. При этом навеску растворяют в 50 $см^3$ воды, добавляют 5 $см^3$ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 5 $см^3$ буферного раствора I, прибавляют из бюретки по каплям при перемешивании 50 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 $моль/дм^3$ и нагревают раствор до 40 °С. Прибавляют 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и оттитровывают из бюретки избыток раствора ди-Na-ЭДТА раствором сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 $моль/дм^3$ до изменения синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

7.14 Соединения меди

Раствор, содержащий навеску соединения меди, соответствующую 20—25 мг Cu, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора II, 0,1 г индикаторной смеси глицинтимолового синего и титруют из бюретки с наконечником (4.11) раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 $моль/дм^3$ до перехода интенсивно синей окраски раствора в желтовато-зеленую.

Допускается проводить титрование в присутствии индикаторов ТАР или ПАР. Для этого 100 $см^3$ раствора, содержащего 50—60 мг Cu, помещают в коническую колбу, прибавляют 0,2 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, 0,1 $см^3$ раствора индикатора ТАР или ПАР, 3 $см^3$ раствора уротропина (pH 5—6) и титруют раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 $моль/дм^3$ до перехода фиолетовой окраски раствора в желто-зеленую (при применении индикатора ТАР) или желто-красной окраски в зеленую (при применении индикатора ПАР).

7.15 Соединения молибдена

Нейтральный раствор, содержащий 80—100 мг Mo, помещают в коническую колбу, прибавляют из бюретки избыточный объем раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 $моль/дм^3$, 2—3 г сернокислого гидразина и 2 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1. Раствор нагревают до кипения, кипятят 5 мин и охлаждают до комнатной температуры. Прибавляют приблизительно 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и раствор нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % до появления зеленой окраски. После нейтрализации раствора добавляют буферный раствор I (в расчете по 2 $см^3$ на каждые 100 $см^3$ раствора) и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 $моль/дм^3$ до перехода зеленой окраски в красно-коричневую.

7.16 Соединения никеля

Раствор, содержащий навеску соединения никеля, соответствующую 82—93 мг Ni, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ буферного раствора I, приблизительно 0,1 г индикаторной смеси мурексида или 0,4 $см^3$ раствора сульфарсазена и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 $моль/дм^3$ до перехода желтой окраски раствора в сине-фиолетовую (при применении мурексида) или розовато-фиолетовой в зеленую (при применении сульфарсазена).

7.17 Соединения свинца

Раствор, содержащий навеску соединения свинца, соответствующую 290—330 мг Pb, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ буферного раствора II, 1 $см^3$ раствора ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до перехода фиолетово-красной окраски раствора в лимонно-желтую.

Допускается применять в качестве буферного раствора раствор уротропина. При этом определение проводят следующим образом: раствор, содержащий 290—330 мг Pb, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 120 $см^3$, прибавляют 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и раствор уротропина до появления яркой фиолетово-красной окраски. Далее титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до желтой окраски.

Конец титрования проверяют добавлением 1 $см^3$ раствора уротропина. При появлении красно-фиолетовой окраски раствор дотитровывают до желтой окраски. Если по мере прибавления раствора уротропина происходит помутнение, то добавление раствора уротропина проводят по 1 $см^3$ до растворения осадка перед началом титрования.

7.18 Соединения скандия

Раствор, содержащий навеску соединения скандия, соответствующую 60—70 мг Sc, разбавляют водой до 100 $см^3$, нейтрализуют раствором аммиака 1:5 до фиолетовой окраски индикаторной бумаги «конго», прибавляют 10 $см^3$ буферного раствора IV, 0,5 $см^3$ раствора или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрацией c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в лимонно-желтую.

7.19 Соединения стронция

Раствор, содержащий навеску соединения стронция, соответствующую 120—140 мг Sr, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 $см^3$, прибавляют из бюретки 20 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$, 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия (до pH 12), приблизительно 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до перехода синей окраски раствора в серую или розово-фиолетовую.

Допускается проводить титрование в присутствии индикатора фталеинового пурпурового. При этом раствор, содержащий навеску соединения стронция, соответствующую 100—120 мг Sr, разбавляют водой до 100 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ этилового спирта, 10 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 % (до pH 10—11), 0,5 $см^3$ раствора фталеинового пурпурового, перемешивают и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до перехода фиолетовой окраски раствора в бледно-розовую или до обесцвечивания.

7.20 Соединения титана

Навеску соединения титана, соответствующую 100—120 мг Ti, помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 2,5 г сернокислого аммония, 5,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и, накрыв стакан часовым стеклом или чашкой, интенсивно нагревают на электрической плитке до полного растворения. Затем содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, осторожно (во избежание разбрызгивания), смывая стенки стакана водой, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (первую порцию воды в мерную колбу прибавляют также осторожно, по стенкам колбы).

25 $см^3$ полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят объем раствора водой до 200 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ пероксида водорода, выдерживают в течение 15 мин, прибавляют из бюретки 20 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = = 0,05 моль/$дм^3$ и снова выдерживают в течение 30 мин. Затем к раствору прибавляют 15 г уротропина, 1 $см^3$ раствора ксиленолового оранжевого или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 моль/$дм^3$ до начала изменения оранжевато-желтой окраски раствора.

7.21 Соединения цинка

Раствор, содержащий навеску соединения цинка, соответствующую 90—105 мг Zn, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора I, 0,4 $см^3$ рас-

твора сульфарсазена или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 до перехода оранжевато-розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении сульфарсазена) или красно-фиолетовой в синюю (при применении эриохрома черного Т).

Допускается проводить титрование в присутствии индикаторной смеси кальмагита.

7.22 Соединения циркония

Раствор, содержащий навеску соединения циркония, соответствующую 100—105 мг Zr, помещают в стакан вместимостью 100 см^3, прибавляют 14 см^3 концентрированной соляной кислоты, кипятят 15 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

15 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют приблизительно 85 см^3 воды (pH приблизительно 1), 0,5 см^3 раствора или приблизительно 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 со скоростью 20—30 капель в минуту до ослабления малиновой окраски раствора, а затем со скоростью одну-две капли в минуту до перехода окраски в желтую. Титрование рекомендуют проводить при охлаждении до температуры 0 °С.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю основного вещества в анализируемом продукте X, %, вычисляют по формулам:

при прямом титровании

$$X = \frac{VA \cdot 100}{m}, \tag{5}$$

при обратном титровании

$$X = \frac{(V_2 - V_1)A \cdot 100}{m}, \tag{6}$$

при титровании части раствора, взятой для анализа

$$X = \frac{VAV_2 \cdot 100}{V_3 m}, \tag{7}$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации точно c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 или 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование или взятый для определения, см^3;

A — масса основного вещества в анализируемом продукте, соответствующая 1 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации точно c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 или 0,01 моль/дм^3, г;

m — масса навески анализируемого продукта, г;

V_2 — общий объем раствора анализируемого продукта, см^3;

V_1 — объем раствора соли цинка молярной концентрации точно c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 или 0,01 моль/дм^3, израсходованный на обратное титрование, см^3;

V_3 — объем части раствора анализируемого продукта, взятой для титрования, см^3.

8.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать от 0,2 % до 0,5 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± (0,4 ± 0,1) % при доверительной вероятности P = 0,95.

В нормативном документе и технической документации на продукцию указывают допускаемые расхождения между результатами параллельных определений и допускаемую суммарную погрешность результатов анализа.

Приложение А
(рекомендуемое)

Подготовка к анализу и анализ отдельных труднорастворимых в воде продуктов

А.1 Фтористый алюминий

Навеску продукта помещают в платиновую чашку, прибавляют 2 г пиросернокислого калия, чашку помещают в электрическую печь, предварительно нагретую до 200 °С, и постепенно повышают температуру до (650 ± 50) °С, доводя до полного удаления паров серной кислоты.

Плав охлаждают, растворяют в воде при нагревании, количественно переносят в коническую колбу и проводят анализ по 7.1.

А.2 Карбонаты, гидроокись, окись бария, кальция, магния и стронция

Навеску помещают в стакан или коническую колбу, растворяют в 1—2 $см^3$ воды и 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (карбонаты при нагревании в стакане накрывают часовым стеклом или чашкой). Растворы количественно переносят в коническую колбу и проводят анализ в соответствии с 7.2, 7.9, 7.12, 7.19.

А.3 Фтористый барий

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют, нагревая, последовательно прибавляют 3 $см^3$ раствора борной кислоты и 1 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %. К раствору прибавляют приблизительно 80 $см^3$ воды, из бюретки прибавляют 20 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$, 15 $см^3$ раствора гидроокиси калия, около приблизительно 0,1 г индикаторной смеси кальцеина и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА по 7.2.

А.4 Хлористый висмут и оксихлорид висмута

Растворы помещают в коническую колбу.

Для удаления хлоридов к раствору хлористого висмута прибавляют 35 $см^3$, а к раствору оксихлорида висмута — 15 $см^3$ раствора азотнокислого серебра. Раствор с осадком выдерживают 10 мин в темном месте, периодически перемешивая, разбавляют водой до 100 $см^3$ и титруют, как указано в 7.4.

А.5 Пятиокись ванадия и метаванадиевокислый аммоний

Подготовку продукта и анализ проводят в соответствии с 7.3.

А.6 Азотнокислый висмут и окись висмута

Подготовку продукта и анализ проводят в соответствии с 7.4.

А.7 Окись и гидроокись железа

Навеску растворяют в смеси 1,2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 2—3 $см^3$ воды при нагревании до кипения в стакане, накрытом часовым стеклом или чашкой, после чего стекло смывают водой, собирая ее в тот же стакан. Раствор количественно переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, объем раствора доводят водой до 200 $см^3$ и проводят анализ по 7.6.

А.8 Окись индия

Навеску помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 1,5 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) и слабо нагревают до растворения. Затем прибавляют 0,6 $см^3$ раствора аммиака (1:1), раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, объем раствора доводят водой до метки и проводят анализ по 7.7.

А.9 Углекислые кадмий, кобальт, марганец и никель

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют, нагревая на водяной бане, в 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и 2 $см^3$ воды, доводят объем раствора водой до 100 $см^3$ и проводят анализ по 7.8, 7.10, 7.13, 7.16. При растворении навески в кислоте колбу накрывают часовым стеклом или чашкой.

А.10 Сернокислый кальций

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 200 $см^3$ воды при энергичном взбалтывании и растирании нерастворившегося продукта стеклянной палочкой. При необходимости раствор нагревают. К полученному раствору прибавляют 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$, 1 $см^3$ раствора кальциона и проводят анализ по 7.9.

А.11 Фтористый кальций

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют, нагревая и последовательно прибавляя 5 $см^3$ раствора борной кислоты и 2 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, прибавляют приблизительно 45 $см^3$ воды, 25 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ из бюретки, 30 $см^3$

раствора гидроокиси натрия (pH 12), 1 см^3 раствора кальцеина и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до резкого снижения интенсивности желтовато-зеленой флуоресценции раствора с установлением постоянного остаточного свечения, наблюдаемого при освещении ультрафиолетовыми лучами. Титрование допускается проводить и при дневном освещении на черном фоне.

Допускается также проводить титрование в присутствии индикаторной смеси метилтимолового синего.

А.12 Окись кобальта

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 9 см^3 смеси концентрированных азотной и соляной кислот 1:3, нагревая на водяной бане. При этом колбу накрывают часовым стеклом или чашкой. Стекло смывают водой, прибавляют приблизительно 90 см^3 воды, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге и проводят анализ в соответствии с 7.10.

Примечание — Допускается проводить разложение азотной и серной кислотами. При этом навеску помещают в выпарительную чашку и растворяют при нагревании в 1 см^3 смеси концентрированных азотной и соляной кислот 1:3 и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 1 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 16 % и продолжают нагревание до удаления паров. Затем растворяют остаток при нагревании на водяной бане в 10—15 см^3 воды и раствор количественно переносят в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 100 см^3, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге (проба на вынос) и далее проводят анализ в соответствии с 7.10.

А.13 Метафосфорнокислый лантан

В стеклоуглеродный или кварцевый тигель вместимостью 50 см^3 помещают 5—7 гранул гидроокиси калия, смачивают 1—2 каплями воды и осторожно расплавляют в электрической печи, нагретой до 300 °С. По охлаждении в тигель вносят навеску продукта, прибавляют еще 3—4 гранулы гидроокиси калия и нагревают, изредка перемешивая, при той же температуре до полного сплавления. После охлаждения плав выщелачивают водой, количественно переводят в коническую колбу и прибавляют постепенно, по каплям, концентрированную соляную кислоту до полного растворения и проводят анализ по 7.11.

А.14 Фтористый магний

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 5 см^3 раствора борной кислоты и 5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, нагревают до растворения, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге, прибавляют приблизительно 90 см^3 воды и проводят анализ в соответствии с 7.13.

Примечание — Допускается проводить разложение серной кислотой. При этом навеску продукта помещают в платиновую чашку, прибавляют 3 см^3 концентрированной серной кислоты и выпаривают на песчаной бане до полного удаления паров серной кислоты. Затем тщательно смывают стенки чашки 2 см^3 раствора борной кислоты, прибавляют 5 см^3 той же серной кислоты и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют при нагревании в 15—20 см^3 воды, раствор охлаждают, количественно переносят водой в коническую колбу, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге, доводят объем водой до 100 см^3 и проводят анализ по 7.12.

А.15 Окись никеля

Навеску растворяют в 10 см^3 воды и 2 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, нагревая до кипения в стакане, накрытом часовым стеклом или чашкой, после чего раствор количественно переносят в коническую колбу, прибавляют приблизительно 90 см^3 воды и проводят анализ в соответствии с 7.16.

А.16 Сернокислый и серноватистокислый свинец

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, прибавляя его из бюретки и энергично перемешивая в течение 10 мин, затем прибавляют 10 см^3 буферного раствора I, 0,4 см^3 раствора сульфарсазена и титруют раствором сернокислого цинка молярной концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,05 моль/дм^3 до первого изменения лимонно-желтой окраски в оранжевую.

А.17 Окись свинца (II)

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора уксусной кислоты 1:10, объем раствора доводят водой до 100 см^3 и проводят анализ по 7.17 настоящего стандарта. При растворении навески в кислоте колбу накрывают часовым стеклом или чашкой.

Примечание — Допускается проводить разложение азотной кислотой. При этом навеску растворяют в 0,5 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, объем раствора доводят водой до 100 см^3 и далее проводят анализ в соответствии с 7.18.

А.18 Окись свинца (IV)

Навеску помещают в выпарительную чашку, смачивают несколькими каплями пероксида водорода, растворяют при нагревании в 0,5 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 2—3 см^3 воды, раствор выпари-

вают досуха. Остаток растворяют в воде, переносят количественно в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 100 см^3 и перемешивают. Далее проводят анализ в соответствии с 7.17.

А.19 Углекислый свинец

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 0,6 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 3—4 см^3 воды, раствор охлаждают, прибавляют приблизительно 100 см^3 воды и проводят анализ в соответствии с 7.17. При растворении навески в кислоте колбу накрывают часовым стеклом или чашкой.

А.20 Хлористый свинец

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см^3 воды, при нагревании раствор охлаждают, доводят объем водой до 100 см^3 и проводят анализ по 7.17.

А.21 Азотнокислый скандий, углекислый скандий-аммоний, уксуснокислый скандий, хлористый скандий

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 %, прибавляют приблизительно 50 см^3 воды и проводят анализ в соответствии с 7.18.

Во избежание разбрызгивания и потерь при растворении скандия-аммония углекислого, раствор соляной кислоты прибавляют осторожно, предварительно смочив продукт 1—2 см^3 воды.

А.22 Сернокислый скандий

Навеску (приблизительно 0,2000 г) помещают в коническую колбу (или стакан), растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 %. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят его объем водой до метки и перемешивают.

10 см^3 полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу, нейтрализуют раствором аммиака 1:5 до фиолетовой окраски индикаторной бумаги «конго», прибавляют 5 см^3 буферного раствора IV, 0,3 см^3 раствора ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА молярной концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм^3 до перехода малиновой окраски раствора в лимонно-желтую.

А.23 Фтористый скандий

Навеску (приблизительно 0,1000 г) тщательно смачивают в платиновом тигле концентрированной серной кислотой, осторожно подсушивают, а затем нагревают на песчаной бане до удаления паров серной кислоты. Операцию повторяют, после чего тигель помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре от 800 °С до 900 °С в течение 10—15 мин. Затем тигель помещают в стакан, содержащий 10 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом или чашкой и кипятят до растворения содержимого тигля. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см^3 полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу и далее проводят определение в соответствии с А.22.

А.24 Окись скандия

Навеску (приблизительно 0,1000 г) растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % в стакане, накрытом часовым стеклом или чашкой, нагревая до кипения, после чего стекло (или чашку) смывают водой, собирая ее в тот же стакан. Раствор охлаждают, количественно переносят в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 100 см^3 и проводят определение в соответствии с 7.18.

А.25 Четыреххлористый титан

Навеску (приблизительно 1,2000—1,3000 г) отбирают во взвешенную тонкостенную стеклянную ампулу с капиллярным концом (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), запаивают ее, взвешивают и помещают в банку из толстого стекла (с пришлифованной пробкой), содержащую 50 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %. В банку предварительно помещают несколько стеклянных шариков. Энергичным встряхиванием разбивают ампулу и продолжают встряхивать до полного поглощения белого дыма и просветления раствора. Затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 25 см^3 полученного раствора помещают пипеткой в коническую колбу и проводят определение в соответствии с 7.20.

А.26 Окись цинка

Навеску (приблизительно 0,1100—0,1300 г) помещают в коническую колбу, растворяют в 5 см^3 буферного раствора I, добавляют приблизительно 95 см^3 воды и проводят определение в соответствии с 7.21 настоящего стандарта.

А.27 Сернокислый цирконий

Навеску (приблизительно 0,2600—0,2700 г) помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см^3 концентрированной соляной кислоты и 30 см^3 воды, нагревают до растворения и кипятят 15 мин, накрыв колбу часовым стеклом или чашкой. Затем раствор охлаждают и проводят определение в соответствии с 7.22.

А.28 Гидроокись циркония

Навеску помещают в стакан, прибавляют 16 $см^3$ концентрированной серной кислоты и нагревают до растворения. Раствор количественно переносят в стакан, содержащий 15—20 $см^3$ воды, кипятят 15 мин, накрыв стакан часовым стеклом (или чашкой), охлаждают и проводят определение в соответствии с 7.22.

УДК 54-41:543.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, особо чистые вещества, методы анализа, комплексонометрический метод, определение основного вещества

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 18.02.2019. Подписано в печать 28.02.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru