МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.33'264—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

НАТРИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents. Sodium carbonate.
Specifications

ГОСТ 83—79*

Взамен ГОСТ 83—63

ОКП 26 2112 1020 00

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.01.79 № 246 дата введения установлена

01.01.80

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 16.08.91 № 1365

Настоящий стандарт распространяется на углекислый натрий, представляющий собой белый зернистый порошок, легко растворимый в воде.

Допускается изготовление углекислого натрия по ИСО 6353-2—83 (см. приложение).

Формула Na_2CO_3.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 105,99.

Все требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Углекислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям углекислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2112 1023 08	чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2112 1022 09	чистый (ч.) ОКП 26 2112 1021 10
1. Массовая доля углекислого натрия (N_2CO_3) в прокаленном препарате, %, не менее	99,8	99,8	99,8
2. Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более	0,25	0,5	0,5
3. Массовая доля не растворимых в воде веществ, %, не более	0,004	0,007	0,02
4. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,001	Не нормируется
5. Массовая доля кремнекислоты (SiO_2), %, не более	0,003	0,003	0,01

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Издание (июнь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1986 г., августе 1991 г. (ИУС 1—87, 11—91), поправкой (ИУС 5—96)*

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2001

Продолжение таблицы

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2112 1023 08	чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2112 1022 09	чистый (ч.) ОКП 26 2112 1021 10
6. Массовая доля общей серы в пересчете на сульфаты (SO_4), %, не более	0,002	0,005	0,01
7. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,001	Не нормируется	Не нормируется
8. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,005
9. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,0003	0,001	Не нормируется
10. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0003	0,0005	0,001
11. Массовая доля калия (K), %, не более	0,005	0,005	Не нормируется
12. Массовая доля кальция и магния в пересчете на Mg, %, не более	0,005	0,01	Не нормируется
13. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	0,00002	0,00005
14. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0005	0,001

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Углекислый натрий в виде пыли может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов. При длительном контакте с препаратом возможны изъязвления слизистой носа и кожи. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны — 2 мг/м^3, класс опасности — III (умеренно опасные). Требуется специальная защита кожи и глаз.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3.2. Массовую долю алюминия, калия, мышьяка и тяжелых металлов изготовитель определяет в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500г-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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 120 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Определение массовой доли углекислого натрия в прокаленном препарате и потерь при прокаливании

4.2.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6—09—5171—84, раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Стаканчик для взвешивания СН 45/13 (60/14) по ГОСТ 25336—82.

Бюретка вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель из платины № 100—6 (№ 100—7) по ГОСТ 6563—75.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770—74.

4.2.2. *Проведение анализа*

Около 2,0000 г препарата помещают в платиновый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Тигель с препаратом помещают на песчаную баню так, чтобы уровень песка снаружи был не ниже уровня препарата в тигле, нагревают постепенно до 270—300 °С (термометр помещают в песок около тигля) и прокаливают до постоянной массы. Допускается проводить прокаливание в высокотемпературном шкафу при 270—300 °С. Ввиду гигроскопичности препарата при всех взвешиваниях тигель помещают в стаканчик для взвешивания.

Остаток, полученный после прокаливания, растворяют в воде, количественно переносят в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 50 см^3 и титруют раствором соляной или серной кислоты из бюретки в присутствии 1—2 капель раствора метилового оранжевого до перехода желтой окраски в оранжевую, затем раствор нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин для удаления углекислоты. Если после охлаждения вновь появится желтая окраска, титрование раствора продолжают до перехода желтой окраски в оранжевую.

4.2.1, 4.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.2.3. *Обработка результатов*

4.2.3.1. Массовую долю углекислого натрия в прокаленном препарате (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}053 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,053 — масса углекислого натрия, соответствующая 1 см^3 раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 1 моль/дм^3, г;

m — масса навески препарата, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,4 % при доверительной вероятности P = 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2.3.2. Массовую долю потерь при прокаливании (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса навески препарата, г;

m — масса остатка после прокаливания, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 %.

Если среднеарифметическое двух параллельных определений для препарата «химически чистый» попадает в пределы 0,23—0,25 %, то проводят еще два определения.

В этом случае за результат анализа принимают среднеарифметическое результатов четырех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,07 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,03 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий углекислый по настоящему стандарту, раствор с массовой долей 10 %.

Тигель Гуча по ГОСТ 9147—80 или

Тигель ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3.2. *Подготовка к анализу*

На дно тигля Гуча помещают бумажный кружок из обеззоленного фильтра «синяя лента», промывают сначала 100 $см^3$ раствора углекислого натрия, затем 100 $см^3$ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.3. *Проведение анализа*

25,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 250 $см^3$ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане, затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель (или тигель Гуча), предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 $см^3$ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

- для препарата «химически чистый» — 1 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 1,8 мг;
- для препарата «чистый» — 5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа препарата «химически чистый» — ± 35 %, «чистый для анализа» — ± 20 % и «чистый» — ± 10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.4. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 2,00 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией, растворяют в воде и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,02 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг.

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

4.5. Определение массовой доли кремнекислоты проводят по ГОСТ 10671.1—74. При этом 0,50 г препарата, взвешенного в чашке из платины № 118—3 (ГОСТ 6563—75), растворяют в 10 $см^3$ воды, прибавляют 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 %, нейтрализуют раствором серной кислоты с массовой долей 20 % до обесцвечивания раствора, прибавляя ее по каплям при перемешивании платиновым шпателем. Затем прибавляют 0,5 $см^3$ избытка раствора той же кислоты. Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с меткой на 20 $см^3$), кипятят 5 мин, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят фотометрически (способ 1), не прибавляя раствор серной кислоты.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,015 мг;

- для препарата «чистый для анализа» — 0,015 мг;
- для препарата «чистый» — 0,050 мг.

Допускается проводить определение визуально (способ 2). При разногласиях в оценке массовой доли кремнекислоты определение проводят фотометрически (способ 1).

4.6. Определение массовой доли общей серы в виде сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ (с меткой на 25 $см^3$), растворяют в 10 $см^3$ воды, прибавляют 0,1 $см^3$ бромной воды (готовят по ГОСТ 4517-87), нагревают раствор до кипения, кипятят 2 мин, охлаждают, нейтрализуют осторожно при перемешивании раствором соляной кислоты по лакмусовой бумаге (проба на вынос) и прибавляют 1 $см^3$ избытка раствора соляной кислоты. Раствор кипятят до удаления брома, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса общей серы в виде сульфатов не будет превышать:

- для препарата «химически чистый» — 0,02 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 0,05 мг;
- для препарата «чистый» — 0,10 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли серы определение проводят фототурбидиметрическим методом.

4.7. Определение массовой доли фосфатов проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, смачивают 4 $см^3$ воды, прибавляют 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % и осторожно, по каплям, раствор азотной кислоты с массовой долей 25 % до растворения препарата и обесцвечивания раствора, перемешивают и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденовокислого комплекса.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса фосфатов не будет превышать для препарата «химически чистый» 0,02 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов определение проводят фотометрически.

4.8. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ (для фототурбидиметрического метода) или в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с меткой на 40 $см^3$), растворяют в 29 $см^3$ воды, осторожно, при перемешивании прибавляют 10 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,020 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 0,040 мг;
- для препарата «чистый» — 0,100 мг.

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

4.3.3—4.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.9. Определение массовой доли алюминия

4.9.1. *Реактивы и растворы*

Алюминон по ТУ 6—09—5205—85, раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный не менее чем за 1 ч до определения; годен в течение 5 сут.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная, х.ч.

Раствор, содержащий Al, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации Al 0,01 мг/$см^3$.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, х.ч.; раствор, готовят следующим образом: 20 г углекислого аммония растворяют при слабом нагревании в 20 $см^3$ раствора аммиака и 40 $см^3$ воды, доводят объем раствора водой до 100 $см^3$ и перемешивают.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор с массовой долей 5 %, проверенный на отсутствие алюминия в условиях определения следующим образом: к раствору, содержащему 6,25 см³ воды, 10 см³ раствора уксуснокислого аммония и 0,75 см³ уксусной кислоты, прибавляют 1 см³ раствора алюминона и через 5 мин 10 см³ раствора углекислого аммония. Через 10 мин раствор должен быть бесцветным.

Колба Кн-2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки вместимостью 1 (2) и 5 см³.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770—74.

4.9.2. *Проведение анализа*

1,50 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют при перемешивании в 15 см³ воды, прибавляют осторожно при перемешивании 2 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора алюминона и перемешивают. Через 5 мин прибавляют 10 см³ раствора углекислого аммония и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым следующим образом: к 6,25 см³ воды, содержащим:

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг Al,

для препарата «чистый для анализа» — 0,015 мг Al,

прибавляют 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, 0,75 см³ уксусной кислоты и 1 см³ раствора алюминона. Через 5 мин прибавляют 10 см³ раствора углекислого аммония и перемешивают.

4.10. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и прибавляют 15 см³ воды. Затем при перемешивании, по каплям, прибавляют 6 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,006 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг;
- для препарата «чистый» — 0,20 мг.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение железа в применяемом для нейтрализации объеме раствора соляной кислоты. При обнаружении примеси в результат анализа вносят соответствующую поправку.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

4.9.1—4.10. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.11. Определение массовой доли калия проводят по ГОСТ 26726—85.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12. Определение массовой доли кальция и магния в пересчете на магний

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда*

Бумага лакмусовая по ТУ 6—09—3405—78.

Буферный раствор 1 с pH 9,5—10; готовят по ГОСТ 10398—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

1-(1-окси-2-нафтил)-азо-6-нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты натриевая соль (эриохром черный Т), индикаторная смесь, готовят по ГОСТ 10398—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 10 %.

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

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73; раствор концентрации *c* (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм³ (0,01 М), готовят по ГОСТ 10398—76.

Бюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³ или вместимостью 10 см³.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка вместимостью 2 см³.

Цилиндры 1—10 и 1 (3)—100 по ГОСТ 1770—74.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.12.2. *Проведение анализа*

2,50 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 90 $см^3$ воды и нейтрализуют раствором соляной кислоты по лакмусовой бумаге (около 16 $см^3$). Раствор нагревают до кипения, осторожно кипятят в течение 5 мин и охлаждают. Затем прибавляют при перемешивании 1 $см^3$ раствора А, 5 $см^3$ буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

Одновременно титруют контрольный раствор, содержащий в таком же объеме 1 $см^3$ раствора А и те же количества буферного раствора и индикаторной смеси.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.12.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кальция и магния в пересчете на Mg (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}000243 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

V_2 — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование контрольного раствора, $см^3$;

0,000243 — масса магния, соответствующая 1 $см^3$ раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/$дм^3$, г;

m — масса навески препарата, г.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на содержание Mg и Ca в соляной кислоте, определяемую контрольным опытом после выпаривания досуха 16 $см^3$ раствора соляной кислоты.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,001 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,005 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.13. Определение проводят по ГОСТ 10485—75 методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде. При этом 2,50 г препарата «химически чистый» и «чистый для анализа» или 2,00 г препарата «чистый» помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 15 $см^3$ воды, раствор нейтрализуют в присутствии 1—2 капель раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) раствором серной кислоты, доводят объем раствора водой до 30 $см^3$ и далее определение проводят по ГОСТ 10485—75.

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

для препарата «химически чистый» — 0,0005 мг As,
для препарата «чистый для анализа» — 0,0005 мг As,
для препарата «чистый» — 0,0010 мг As,

20 $см^3$ раствора серной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

Допускается проводить определение методом с применением бромнортутной бумаги в солянокислой среде.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка определение проводят методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде.

4.14. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319—76 тиоацетамидным методом фотометрически или визуально. При этом 3,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ (с меткой на 20 $см^3$), прибавляют 10 $см^3$ воды, осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумаге или по универсальной индикаторной бумаге раствором соляной кислоты с массовой долей 25 %, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят по ГОСТ 17319—76.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,015 мг;
- для препарата «чистый для анализа» — 0,015 мг;
- для препарата «чистый» — 0,030 мг.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение тяжелых металлов в применяемом для нейтрализации объеме раствора соляной кислоты. При обнаружении примеси в результат анализа вносят соответствующую поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение заканчивают фотометрически.

4.12.3—4.14. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

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

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 класс 8, подкласс 8.2, черт. 8, классификационный шифр 8213, серийный номер ООН 1759.

(Измененная редакция, Изм.№ 1, 2).

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

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

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие углекислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения препарата.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ИСО 6353-2—83

Р.30 НАТРИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ БЕЗВОДНЫЙ

Молекулярная масса 105,99

Р.30.1. Технические требования

Массовая доля Na_2CO_3 после высушивания при 300 °С, %, не менее	99,8
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002
Массовая доля фосфатов и силикатов в пересчете на SiO_2, %, не более	0,005
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001
Массовая доля общей серы в пересчете на (SO_4), %, не более	0,005
Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,001
Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005
Массовая доля тяжелых металлов в пересчете на Pb, %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005
Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,002
Массовая доля калия (K), %, не более	0,01
Массовая доля потерь после высушивания при 300 °С, %, не более	1,0

Р.30.2. Приготовление испытуемого раствора

Растворяют 20 г образца в 80 $см^3$ воды, нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 5 $см^3$ избытка кислоты. Кипятят раствор, охлаждают и разбавляют до 200 $см^3$.

Р.30.3. Методы анализа

Р.30.3.1. *Определение массовой доли* Na_2CO_3

Около 2 г образца, предварительно высушенного при 300 °С, взвешивают с погрешностью 0,0001 г и растворяют в 50 $см^3$ воды.

К этому раствору прибавляют 2 капли метилоранжа и титруют раствором соляной кислоты *с* (HCl) = = 1 моль/$дм^3$.

1,00 $см^3$ раствора соляной кислоты *с* (HCl) = 1,000 моль/$дм^3$ соответствуют 0,052995 г Na_2CO_3.

Р.30.3.2. *Определение массовой доли хлоридов*

Растворяют 1 г образца в 15 $см^3$ воды и применяют ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ хлоридного РС II (2 $см^3$≙0,002 % 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.30.3.3. *Определение массовой доли фосфатов и силикатов*

Растворяют 1 г образца в смеси 80 $см^3$ воды и 3 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %. Нагревают до кипения и после охлаждения прибавляют 5 $см^3$ раствора гептамолибдата гексааммония с массовой долей 10 %. С помощью соляной кислоты устанавливают pH = 1,8 и нагревают раствор до кипения. После охлаждения прибавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и экстрагируют 50 $см^3$ 4-метил-2-пентанона. Промывают органическую фазу раствором соляной кислоты с массовой долей 0,5 % и восстанавливают 0,2 $см^3$ раствора хлористого олова (II) $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ в соляной кислоте с массовой долей 2 %. Осушают органическую фазу безводным сульфатом натрия.

Интенсивность голубой окраски органической фазы не должна превышать интенсивность окраски контрольного раствора, приготовленного с использованием 5 $см^3$ силикатного РС II (5 $см^3$ ^ 0,005 % SiO_2).

Силикатный РС II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,00 г кремневой кислоты, прокаленной при 900 °С, растворяют в 8 $см^3$ раствора NaOH с массовой долей 27 %, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.30.3.4. *Определение массовой доли общего азота*

Растворяют 2 г образца в 100 $см^3$ воды и применяют ОМ 6*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ азотсодержащего РС II (2 $см^3$≙0,001 % N).

Азотсодержащий РС II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 6,07 г $NaNO_3$ растворяют, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.30.3.5. *Определение массовой доли общей серы*

Растворяют 1 г образца в 10 $см^3$ воды, прибавляют 0,25$см^3$ насыщенной бромной воды, кипятят, охлаждают, нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 0,5 $см^3$ избытка кислоты. Кипятят до обесцвечивания, охлаждают, разбавляют до 20 $см^3$, применяют ОМ 3*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 $см^3$ сульфатного РС II (5 мл≙0,005 % SO_4).

Сульфатный РС II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,81 г K_2SO_4 растворяют, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.30.3.6. *Определение массовой доли алюминия*

Берут 10 $см^3$ испытуемого раствора (Р.30.2), нейтрализованного раствором аммиака с массовой долей 10 %, прибавляют 15 $см^3$ этанола и применяют ОМ 9*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 $см^3$ алюминийсодержащего РС II (1 $см^3$≙0,001 % Al).

Алюминийсодержащий РС II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:1000. Основной раствор готовят следующим образом: к 17,60 г $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ добавляют 10 $см^3$ раствора H_2SO_4 с массовой долей 25 %, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.30.3.7. *Определение массовой доли кальция и магния*

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

Элемент	Концентрация раствора	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	Испытуемый раствор (Р.30.2)	Воздух-ацетилен	422,7
Mg			285,2

Р.30.3.8. *Определение массовой доли тяжелых металлов*

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р.30.2) и применяют ОМ 7*. Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ свинецсодержащего РС II (2 $см^3$≙0,0005 % Pb).

Свинецсодержащий РС II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: к 1,60 г $Pb(NO_3)_2$ добавляют 1 $см^3$ HNO_3, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

* Общие методы анализа (ОМ) по ГОСТ 28351—89 (ИСО 6353-1—82).

Р.30.3.9. *Определение массовой доли железа*

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р.30.2) и применяют ОМ 8.1*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 $см^3$ железосодержащего РС II (1 $см^3 \triangleq 0{,}0005$ Fe).

Железосодержащий РС II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: к 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ добавляют 10 $см^3$ раствора H_2SO_4 с массовой долей 25 %, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.30.3.10. *Определение массовой доли калия*

Определение этого элемента проводят в соответствии с ОМ 30* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора	Пламя	Резонансная линия, нм
K	Испытуемый раствор (Р.30.2)	Кислород-ацетилен	766,5

Р.30.3.11. *Определение массовой доли потерь после высушивания*

Высушивают 2 г образца до постоянной массы при 300 °С.

Потери массы не должны превышать 20 мг.

ИСО 6353-1—82

4.3.5. 0,1 г метилового оранжевого растворяют в 50 $см^3$ 95 % (по объему) этанола и разбавляют водой до объема 250 $см^3$.

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем испытуемого раствора (Р.30.3.2) подкисляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 $см^3$ раствора нитрата серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

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

5.3. Определение массовой доли общей серы (ОМ 3)

0,25 $см^3$ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в 30 % (по объему) этанола смешивают с 1 $см^3$ раствора дигидрата хлорида бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем испытуемого раствора (Р.30.3.5), предварительно подкисленный 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %.

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

5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему испытуемого раствора (Р.30.3.4), разбавленному при необходимости до объема 140 $см^3$ в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 $см^3$ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Дают стоять 1 ч. Отгоняют 75 $см^3$ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 $см^3$ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 %, 2 $см^3$ реактива Несслера и разбавляют до объема 100 $см^3$.

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

5.7. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Pb) (ОМ 7)

К указанному объему испытуемого раствора (Р.30.3.8) добавляют 0,2 $см^3$ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % и насыщают раствор сероводородом или добавляют соответствующее количество водного раствора сероводорода.

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

5.8. Определение массовой доли железа (ОМ 8.1)

Метод с использованием 1,10-фенантролина (ОМ 8.1). См. международный стандарт ИСО 6685.

5.9. Определение массовой доли алюминия (ОМ 9)

5.9.1. *Приготовление реактива алюминон*

0,25 г алюминона (аммониевой соли ауринтрикаброновой кислоты) и 5 г аравийской камеди добавляют к 250 $см^3$ воды и нагревают до растворения. В полученном растворе растворяют 87 г ацетата аммония.

Затем добавляют 145 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и разбавляют водой до объема 500 $см^3$. При необходимости раствор фильтруют. Раствор годен в течение месяца.

5.9.2. *Методика анализа*

Пробу с указанным объемом испытуемого раствора (Р.30.3.6) нейтрализуют по лакмусу, добавляют 1 $см^3$ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % и доводят pH до 4,5 раствором аммиака с массовой долей 10 %. Затем к полученному раствору добавляют 0,1 $см^3$ тиоуксусной кислоты в 3 $см^3$ реактива алюминона (5.9.1), нагревают при температуре около 100 °С в течение 10 мин и охлаждают.

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

---

* Общие методы анализа (ОМ) по ГОСТ 28351—89 (ИСО 6353-1—82).

5.29. Метод атомно-абсорбционной спектроскопии (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 анализа*

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

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

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом стандартных 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.

5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

5.30.1. *Общие указания*

Этот метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряется с помощью подходящей фотометрической системы с монохроматором или с фильтрами.

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

5.30.2. *Методика анализа*

Методика сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии (см. п. 5.29) и здесь также возможно дать лишь общие указания. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реактива.

Примечание. В международных стандартах ИСО 6353-1—82 и ИСО 6353-2—82 применяют следующие сокращения:

Р — реактив;

ОМ — общий метод анализа;

ИР — индикаторный раствор;

РС — раствор сравнения.

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

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

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 14.06.2001. Подписано в печать 06.07.2001. Усл. печ. л.1,40. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 200 экз. С 1384. Зак. 672.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru