

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

МАГНИЙ ХЛОРИСТЫЙ 6-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4209—77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.46 131—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

МАГНИЙ ХЛОРИСТЫЙ 6-ВОДНЫЙ

Технические условия

Reagents
Magnesium chloride 6-agueous
Specification

ГОСТ 4209—77

Взамен ГОСТ 4209—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 августа 1977 г. № 2079 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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

Формула $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 203,30.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 5231—75 в части методов анализа и норм по показателям содержания основного вещества, кальция, кислотности — для всех квалификаций, нерастворимых в воде и в спирте веществ, бария — для квалификаций х.ч и ч.д.а; железа — для квалификаций х.ч и ч.; сульфатов и тяжелых металлов — для квалификации х.ч.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х ч.)	Чистый для анализа (ч д а)	Чистый (ч.)
1 Массовая доля 6-водного хлористого магния ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), %, не менее	98,5	98,0	97,0
2 Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005	0,008
3. Нерастворимые в спирте вещества	Должен выдерживать испытание по п. 3.4		
4 Кислотность (HCl), %, не более	0,001	0,004	0,004
5 Щелочность (MgO), %, не более	0,001	0,005	0,005
6. Массовая доля азота (N) из нитратов, нитритов и др., %, не более	0,002	0,005	0,010
7 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,003	0,004
8. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0002	0,0005	0,0005
9 Массовая доля бария (Ba), % не более	0,002	0,002	0,004
10 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0002	0,0010
11 Массовая доля калия (K), %, не более	0,01	0,01	Не нормируется
12 Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,005	0,020
13 Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,2	0,3	Не нормируется
14 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	0,00004	0,00004
15 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0002	0,0002

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2 1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3 1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 360 г

3 2. Определение массовой доли 6-водного хлористого магния

Определение проводят по ГОСТ 10398—76 сразу же после вскрытия банки При этом около 0,3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и далее определение проводят комплексонометрическим методом

Масса 6-водного хлористого магния, соответствующая 1 мл точно 0,05М раствора трилона Б, равна 0,01017 г.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н. раствор.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.3.2. *Проведение анализа*

50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 100 мл воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. После этого раствор фильтруют через фильтрующий тигель, высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с азотнокислым серебром) и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый — 1,5 мг,

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 4,0 мг.

3.4. Определение нерастворимых в спирте веществ

3.4.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта, 90%-ный раствор; готовят путем прибавления к 100 мл 96%-ного раствора спирта 7,7 мл воды.

3.4.2. *Проведение анализа*

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 50 мл раствора спирта.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если для препарата химически чистый и чистый для анализа раствор будет прозрачным; для препарата чистый допускается небольшое помутнение.

3.5. Определение кислотности или щелочности

3.5.1. *Реактивы и растворы*

Бромтимоловый синий (индикатор) раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, 0,02 н. раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,02 н раствор, свежеприготовленный.

3.5.2. *Проведение анализа*

10 г препарата химически чистый или 5 г препарата чистый для анализа и чистый взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл воды и прибавляют 2 капли раствора бромтимолового синего. При щелочной реакции (синяя окраска) анализируемый раствор титруют из микробюретки раствором соляной кислоты, при кислой реакции (желтая окраска) — раствором гидроокиси натрия.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование, не будет превышать: для препарата химически чистый — 0,13 мл, для препарата чистый для анализа и чистый — 0,25 мл; раствора соляной кислоты. для препарата химически чистый — 0,25 мл, для препарата чистый для анализа и чистый — 0,6 мл.

3.6. Определение массовой доли азота из нитратов, нитритов и др.

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74.

При этом 0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в круглодонную колбу, растворяют в воде и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом, прибавляя 6 мл раствора гидроокиси натрия вместо 5 мл.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса азота из нитратов, нитритов и др. не будет превышать

для препарата химически чистый — 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,050 мг.

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

3.7. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74.

При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 25 мл воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

Препарат считают соответствующим гребованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать.

для препарата химически чистый — 0,02 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,03 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

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

3.8. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74.

При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 15 мл воды и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ заканчивают фотометрически.

3.9. Определение массовой доли бария

3.9.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 10%-ный раствор.

Раствор, содержащий Ba; готовят по ГОСТ 4212—76.

Магний хлористый 6-водный, раствор, не содержащий Ba; готовят следующим образом: 15 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл с меткой на 60 мл, растворяют в 40 мл воды, прибавляют 6 мл раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Через 18—20 ч раствор фильтруют. Для приготовления каждого раствора сравнения берут 20 мл фильтрата.

3.9.2. *Проведение анализа*

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл (с меткой на 30 мл), растворяют в 20 мл воды, прибавляют 2 мл раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

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

для препарата химически чистый — 0,10 мг Ba,

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

для препарата чистый — 0,20 мг Ba

и 20 мл раствора 6-водного хлористого магния, не содержащего Ba

3.10 Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75.

При этом 3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), растворяют в 20 мл воды и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением надсернокислым аммонием.

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

для препарата химически чистый — 0,006 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,006 мг,

для препарата чистый — 0,030 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивается фотометрически.

3.11. Определение массовой доли калия и натрия

3.11.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

Спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоумножитель типа ФЭУ-22, ФЭУ-38 или ФЭУ-51.

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

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73.

Горелка.

Распылитель.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Растворы, содержащие Na и K; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением получают раствор А с концентрацией Na 0,1 мг/мл и раствор Б с концентрацией K 0,01 мг/мл.

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

3.11.2. *Подготовка к анализу*

3.11.2.1. *Приготовление анализируемых растворов*

Для определения массовой доли примеси натрия 0,1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

Для определения массовой доли примеси калия 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде и перемешивают. Объем раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.11.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

Для определения массовой доли примеси натрия в 4 мерные колбы вместимостью 100 мл каждая вводят указанные в табл. 2

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, мл	Концентрация натрия в виде добавок в растворе сравнения, мг/100 мл	Массовая доля натрия в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	1	0,1	0,1
2	2	0,2	0,2
3	3	0,3	0,3
4	4	0,4	0,4

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, мл	Концентрация калия в виде добавок в растворе сравнения, мг/100 мл	Массовая доля калия в растворе сравнения в пересчете на препарат,
1	2	0,02	0,002
2	4	0,04	0,004
3	8	0,08	0,008
4	10	0,1	0,01

количества раствора А. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения массовой доли примеси калия в 4 мерные колбы вместимостью 100 мл каждая вводят указанные в табл. 3 количества раствора Б. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.11.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Используют аналитические линии Na—589,0—589,6 нм и K—766,5 нм. После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование спектра воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания содержания примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей. После каждого замера распыляют воду. Затем вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

3.11.4. *Обработка результатов*

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

Массовую долю примесей в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля примесей не будет превышать допускаемой нормы.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% относительно среднего результата определения вычисляемой концентрации.

3.12. Определение массовой доли кальция

Определение проводят по ГОСТ 12533—76 пламенно-фотометрическим методом.

3.12. Определение массовой доли кальция

Определение проводят по ГОСТ 10485—75 арсиновым методом (способ 2 или 1). Навеска препарата составляет 1,5 г.

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

для препарата химически чистый —— 0,0003 мг As,

для препарата чистый для анализа — 0,0006 мг As,

для препарата чистый — 0,0006 мг As,

и соответствующие количества реактивов по ГОСТ 10485—75.

3.14. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76.

При этом 5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 30 мл воды и далее определение проводят сероводородным методом.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг Pb,

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Pb,

для препарата чистый — 0,01 мг Pb,

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

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п, Б-6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, не более 3000 г.

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных стандартом.

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

По истечении указанного срока препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Препарат в малых дозах обычно токсического действия не вызывает.

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

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

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

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *П. А. Пономарева*

Сдано в набор 01.09.77 **Подп. в печ.** 31.10.77 0,75 п. л. 0,62 уч.-изд. л. **Тир.** 10000 **Цена** 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2316

зменение № 1 ГОСТ 4209—77 Реактивы Магний хлористый 6-водный Технические условия

ыостановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 01 83 № 283 срок введения установлен

с 01 07 83

Под наменованием стандарта проставить код ОКП 26 2121 0490 10

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения мч на см

Вводная часть Последний абзац исключить

Пункт 1 2 Таблица 1 Головку дополнить кодами для «химически чистого (х ч)» — ОКП 26 2121 0493 07, для «Чистого для анализа (ч д а)» — ОКП 26 2121 0492 08, для «чистого (ч)» — ОКП 26 2121 0491 09,

Графа «Химически чистыи (х ч)» Заменить нормы для пункта 5 — 0,001 на 0,0005, для пункта 9 — 0,002 на 0,001, для пункта 11 — 0,01 на 0,005,

графа «Чистый для анализа (ч д а)» Заменить нормы для пункта 4 — 0,004; на 0,002, для пункта 5 — 0,005 на 0,0005, для пункта 11 — 0 01 на 0,005, для пункта 14 — 0,00004 на 0,00002;

графа «Чистый (ч)» Заменить нормы для пункта 1 — 97,0 на 98 0, для пункта 2 — 0,008 на 0,005, для пункта 4 — 0,004 на 0,002, для пункта 5 — 0,005 на 0,0005, для пункта 6 — 0,010 на 0,005, для пункта 9 — 0 004 на 0,002, для пункта 14 — 0,00004 на 0,00002

Раздел 3 дополнить пунктом — 3 1*а* (перед п 3 1) «3 1а Общие казания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77»

Пункт 3 3 2 Заменить значение 4,0 мг на 2,5 мг

Пункт 3 5 1 Заменить ссылку ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77

(Продолжение см стр. 180)

Пункт 3.5.2. Первый абзац. Исключить слова: «химически чистый или 5 г препарата чистый для анализа и чистый»;

последний абзац. Исключить значение: 0,25 мл (для препарата химически чистый); заменить значение: 0,6 мл на 0,13 $см^3$.

Пункт 3.6. Заменить значение: 0,050 мг на 0,025 мг.

Пункт 3.9.2. Заменить значения: 0,10 мг на 0,05 мг (для препарата химически чистый); 0,20 мг на 0,10 мг.

После пункта 3.12 заменить слова: «3.12. Определение массовой доли кальция» на «3.13. Определение массовой доли мышьяка».

Пункт 3.13. Заменить значение: 0,0006 на 0,0003 (для препарата чистый для анализа и для препарата чистый).

Пункт 4.1. Заменить слова: «Вид упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п, Б-6» на «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9».

Пункт 5.1. Исключить слова: «установленных стандартом».

Пункт 5.2. Второй абзац исключить.

(ИУС № 5 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 4209—77 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.06.88 № 2201

Дата введения 01.01.89

Вводная часть. Исключить слово. «реактив»

Пункт 1.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2121 0492 08	Чистый (ч.) ОКП 26 2121 0491 09
1. Массовая доля 6-водного хлористого магния ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), %, не менее	98,0	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005
3. Нерастворимые в этиловом спирте вещества	Должен выдерживать испытание по п. 3.4	
4. Массовая доля кислот в пересчете на соляную кислоту (HCl), %, не более	0,002	0,002
5. Массовая доля щелочей в пересчете на окись магния (MgO), %, не более	0,0005	0,0005
6. Массовая доля общего азота, %, не более	0,005	0,005
7. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,003	0,004
8. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,0005
9. Массовая доля бария (Ba), %, не более	0,002	0,002
10. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0010
11. Массовая доля калия (K), %, не более	0,005	Не нормируется
12. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,020
13. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,3	Не нормируется
14. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	0,00002
15. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0002

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Определение массовых долей мышьяка и тяжелых металлов изготовитель проводит по требованию потребителей».

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «0,3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «0,3000 г препарата»;

(Продолжение см. с. 261)

последний абзац изложить в новой редакции «Масса 6-водного хлористого магния, соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, —0,01017 г»,

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 %».

Пункт 3 3 1 изложить в новой редакции.

«3 3 1 *Посуда и реактивы*

Стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82

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

Цилиндр 1(3)—100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770—74

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей около 1,7 %»

Пункт 3 3 2 Первый абзац. Заменить слова: «50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 250 см³» на «50,00 г препарата помещают в стакан», «с погрешностью не более 0,0002 г» на «(результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»,

исключить слова «для препарата химически чистый — 1,5 мг».

Пункты 3 4, 3 4 1 изложить в новой редакции:

«3 4 Определение нерастворимых в этиловом спирте веществ

3 4 1 *Посуда, реактивы и растворы*

Стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта, раствор с массовой долей 90 %; готовят следующим образом. 100 см³ раствора с массовой долей спирта 96 % прибавляют 7,7 см³ воды».

Пункт 3 4 2 Первый абзац изложить в новой редакции. «5,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 50 см³ раствора спирта»;

второй абзац Исключить слова. «химически чистый и».

Пункты 3 5, 3 5 1 изложить в новой редакции.

«3 5 Определение массовой доли кислоты в пересчете на соляную кислоту (HCl) или массовой доли щелочей в пересчете на окись магния (MgO)

3 5 1 *Посуда, реактивы и растворы*

Бюретка 1(2)—2—1—0,01 по ГОСТ 20292—74

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Бромтимоловый синий, индикатор, раствор, готовят по ГОСТ 4919 1—77.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации c (HCl) = = 0,02 моль/дм³ (0,02 н).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = = 0,02 моль/дм³ (0,02 н), свежеприготовленный».

Пункт 3 5 2 Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции «10,00 г препарата помещают в коническую колбу»; заменить слова «микробюретки» на «бюретки»,

второй абзац изложить в новой редакции: «Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование, не будет превышать для препарата чистый для анализа и чистый — 0,25 см³, раствора соляной кислоты для препарата чистый для анализа и чистый — 0,13 см³».

(Продолжение см. с. 262)

Пункт 3.6. Наименование изложить в новой редакции: «3.6. Определение массовой доли общего азота»;

второй абзац. Заменить слова: «0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в круглодонную колбу» на «0,50 г препарата помещают в круглодонную колбу К-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82)»;

третий абзац. Заменить слова: «азота из нитратов, нитритов и др.» на «общего азота»;

четвертый абзац исключить.

Пункт 3.7. Второй абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «При этом 1,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82)»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,02 мг».

Пункт 3.8. Второй абзац. Заменить слова: «5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «5,00 г препарата»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,010 мг».

Пункт 3.9.1 изложить в новой редакции

«3.9.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Колбы Кн-2—100—22 ТХС и Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1 и 6(7)—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 10 %.

Раствор, содержащий Ba; готовят по ГОСТ 4212—76.

Магний хлористый 6-водный, раствор, не содержащий Ba, готовят следующим образом 15,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—100—22 ТХС (с меткой на 60 $см^3$), растворяют в 40 $см^3$ воды, прибавляют 6 $см^3$ раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Через 18—20 ч раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента». Для приготовления каждого раствора сравнения берут 20 $см^3$ фильтрата».

Пункт 3.9.2 до слов «(с меткой на 30 $см^3$)» изложить в новой редакции: «5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—22 ТХС»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,05 мг Ba».

Пункт 3.10. Второй абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «3,00 г препарата помещают в мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74)»;

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,006 мг».

Пункт 3.11.1 изложить в новой редакции:

«3.11.1 *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн», допускается использование других приборов с аналогичными чувствительностью и точностью.

Воздух сжатый для питания контрольно измерительных приборов.

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

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 6(7)—2—5 и 6(7)—2—10.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Растворы, содержащие Na и K; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением получают раствор А с массовой концентрацией Na 0,1 мг/$см^3$ и раствор Б с массовой концентрацией K 0,01 мг/$см^3$.

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

Пункт 3.11.2.1. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «Для определения массовой доли примеси натрия 0,100 г препарата помещают в мерную колбу»

второй абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «Для определения массовой доли примеси калия 1,00 г препарата помещают в мерную колбу».

(Продолжение см. с. 263)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4209—77)

Пункт 3.11 2.2. Первый, второй абзацы. Исключить слова. «вместимостью 100 $см^3$», заменить слово «количества» на «объемы»;

таблица 2. Головка. Заменить слова «Концентрация натрия в виде добавок в растворе сравнения, мг/100 $см^3$» на «Масса натрия, введенного в 100 $см^3$ раствора сравнения, мг»,

таблица 3. Головка Заменить слова «Концентрация калия в виде добавок в растворе сравнения мг/100 $см^3$» на «Масса калия, введенного в 100 $см^3$ раствора сравнения, мг».

Пункт 3.11.4. Третий абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции. «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

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

Пункт 3.13. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10485—75 методом с применением бромнортутной бумаги в с кислой и солянокислой среде»,

(Продолжение изменения к ГОСТ 4209—77)

второй абзац. Заменить слово: «бумажки» на «бумаги» (2 раза);

исключить слова: «для препарата химически чистый — 0,0003 мг As»;

дополнить абзацем: «При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят в сернокислой среде».

Пункт 3.14. Второй абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции: «При этом 5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82)»;

исключить слова «для препарата химически чистый — 0,01 мг Pb».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары. 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1».

Пункт 6.1 изложить в новой редакции: «6.1. Хлористый 6-водный магний вызывает заболевания органов дыхания и пищеварения».

Пункт 6.2. Заменить слово: «меры» на «правила».

Пункт 6.3. Исключить слово: «механической»; дополнить словами: «Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу».

(ИУС № 10 1988 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 4209—77 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)

Дата введения 1995—07—01

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г) — 203,30»;

дополнить абзацем: «Допускается изготовление 6-водного хлористого магния по приложению 1 и проведение анализов по приложению 2».

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025 -86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР 200 и ВЛКТ 500г-М или ВЛЭ-200г

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

Пункт 3.1 Заменить значение: 360 на 380

Пункт 3.2 Первый, второй абзацы изложить в новой редакции «Определение проводят по ГОСТ 10398—76 сразу же после вскрытия банки

При этом около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 100 $см^3$ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76

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

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P = 0,95$»

Пункт 3.3.1 Третий абзац Заменить обозначение: 1(3)—100 на 1(3)—100—2

Пункт 3.3.2 дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$»

Пункт 3.5. Заменить слово: «кислоты» на «кислот»

Пункт 3.5.1 Первый абзац изложить в новой редакции: «Бюретка вместимостью 1 $см^3$ и ценой деления 0,01 $см^3$»,

третий абзац Заменить обозначение 1(3)—50 на 1(3)—50—2,

шестой седьмой абзацы Заменить слово: «концентрации» на «молярной концентрации», дополнить словами: «готовят по ГОСТ 25794.1—83»

Пункт 3.6 Второй абзац Заменить слова: «0,50 г препарата помещают в

(Продолжение см. с. 24)

круглодонную колбу К 2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «0,50 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для определения аммиака дистилляцией»,

шестой абзац Заменить слово «азота» на «общего азота»

Пункт 3 7 Второй абзац Заменить слова «в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$»

Пункт 3 8 Второй абзац изложить в новой редакции «При этом 5 00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 15 $см^3$ воды и далее определение проводят по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса фотометрически»,

шестой абзац Заменить слово «заканчивать» на «проводить»,

седьмой абзац Заменить слово «заканчивают» на «проводят»

Пункт 3 9 1 Первый абзац Заменить обозначение Кн-2—50—18 ТХС на Кн-2—50—18(22) ТХС,

второй абзац изложить в новой редакции «Пипетки вместимостью 1 и 10 $см^3$»,

третий абзац Заменить обозначение 1(3)—50 на 1(3)—50—2,

шестой абзац дополнить словами «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0 1 мг/$см^3$ Ва»

седьмой абзац Заменить слова «в колбу Кн 2—100—22 ТХС (с меткой на 60 $см^3$)» на «в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с меткой на 60 $см^3$)»

Пункт 3 9 2 Первый абзац Заменить слова «в колбу Кн-2—50—22 ТХС» на «в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$»

Пункт 3 10 Второй абзац Заменить слова «мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74) на «мерную колбу вместимостью 50 $см^3$»,

седьмой абзац Заменить слово «заканчивается» на «заканчивают»

Пункт 3 11 1 Пятый абзац изложить в новой редакции «Пипетки вместимостью 5 и 10 $см^3$»

шестой абзац Заменить слово «вторично» на «дважды»

Пункт 3 11 2 2 Исключить слово «каждая» (2 раза)

Пункт 3 11 3 Заменить слова «содержания» на «массовых долей», «максимального содержания» на «максимальных массовых долей»

Пункт 3 13 Первый абзац дополнить словами «Масса навески препарата составляет 1,50 г»,

второй абзац изложить в новой редакции «Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги при взаимодействии с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги при взаимодействии с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме»

Пункт 3 14 Второй абзац Заменить слова «в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$»

(Продолжение см с 25)

Пункт 4.1. Заменить значение: **3000 г на 3 кг.**

Пункт 6.3. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией»

Пункт 6.4. Заменить слово: «меры» на «правила».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

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

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

Р 16.1. Технические требования

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

Р 16.2. Приготовление анализируемого раствора

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

Р 16.3. Методы анализа

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

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

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

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

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

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

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

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

(Продолжение см. с. 26)

Р 16.3.3. *Определение массовой доли фосфатов*

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

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

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

Р 16.3.4. *Определение массовой доли сульфатов*

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

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

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

Р 16 3 5 *Определение массовой доли общего азота*

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

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

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

Р 16 3 6 *Определение массовой доли кальция, меди, железа и свинца*

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

Таблица 1

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

Р 16 3 7. *Определение массовой доли бария, калия и натрия*

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

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

(Продолжение см. с 27)

Таблица 2

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

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

5. Общие методы анализа (ОМ)

5.3 Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

Готовят затравочный раствор, смешивая 0,25 см³ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в растворе этанола с объемной долей 30 % и 1 см³ раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25 %. Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем анализируемого раствора (Р 16.3.4), предварительно подкисленный 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %.

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

5.4. Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

К указанному объему анализируемого раствора (Р 16.3.3) добавляют 5 см³ раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %, pH раствора доводят до 1,8 и нагревают до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 см³ диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибдено-фосфатный комплекс 0,2 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в соляной кислоте. Сравнивают интенсивность синей окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему анализируемого раствора (Р 16.3.5), разбавленному при необходимости до 140 см³, в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см³ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % 2 см³ реактива Несслера и разбавляют до 100 см³.

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

(Продолжение см. с. 28)

5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

5.29.1 *Общие указания*

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

5.29.2. *Методика анализа*

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

Выбор методики определяется требуемой степенью точности.

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

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

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

5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

5.30.1 *Общие указания*

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

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

5.30.2 *Методика анализа*

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

5.31.1 *Определение pH (ОМ 31.1)*

5.31.1.1. *Общие положения*

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

(Продолжение см. с. 29)

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

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

$$\frac{E_1 - F_{ис}}{S} + pH_{R_1}$$

$$\frac{E_2 - E_{ис}}{S} + pH_{R_2}$$

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

S — угловой коэффициент:

$$S = \left(\frac{m^V}{pH}\right) = \frac{E_1 - F_2}{pH_{R_1} - pH_{R_2}}$$

5.31.1.2 *Аппаратура*

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

5.31.1.3 *Калибровка*

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

а) оксалатный буферный раствор,

б) тартратный буферный раствор,

в) фталатный буферный раствор;

г) фосфатный буферный раствор,

д) боратный буферный раствор;

е) буферный раствор гидроксида кальция

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

Таблица 3

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

5.31.1.4. *Методика анализа*

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

(Продолжение см. с. 30)

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

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

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

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

Готовят 150 см³ анализируемого раствора, добавляя соответствующий объем уксусной кислоты или раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % для доведения pH раствора до 5. Полученный раствор разделяют на три равные порции, которые помещают в три делительные воронки. В две из них добавляют контрольные растворы определяемых металлов, в первую — в количестве, эквивалентном предполагаемой предельной массе металла в анализируемом растворе, а во вторую — вдвое большем количестве Содержимое каждой из трех делительных воронок обрабатывают следующим образом: добавляют 1 см³ раствора пирролидин-карбодитиоата аммония с массовой долей 1 %, перемешивают, добавляют 10 см³ 4-метилпентан-2-она и встряхивают 30 с После разделения фаз водный слой отбрасывают. Органический слой переносят в мерную колбу на 10 см³ и разбавляют до метки этанолом с объемной долей 95 %. Полученные растворы анализируют в соответствии с ОМ 29.

(ИУС № 9 1995 г.)

gost.e-ecolog.ru