

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА ЛИМОННАЯ МОНОГИДРАТ И БЕЗВОДНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3652—69
(СТ СЭВ 394—88)

Издание официальное

БЗ 11—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.477.1-41 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КИСЛОТА ЛИМОННАЯ МОНОГИДРАТ И БЕЗВОДНАЯ

Технические условия

ГОСТ 3652—69 (СТ СЭВ 394—88)

Reagents. Citric acid, monohydrate and anhydrous. Specifications

ОКП 26 3451 026008

Дата введения 01.01.70

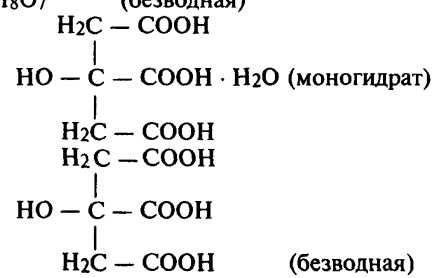
Настоящий стандарт распространяется на моногидрат и безводную лимонную кислоту, представляющую собой бесцветные кристаллы или белый порошок, легкорастворимый в воде и этиловом спирте. Кислота лимонная моногидрат на воздухе выветривается.

Формулы:

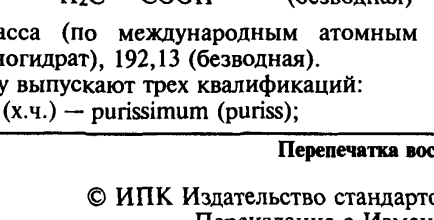
эмпирическая $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ (моногидрат),

$C_6H_8O_7$ (безводная)

структурная



(моногидрат)



(безводная)

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 210,14 (моногидрат), 192,13 (безводная).

Лимонную кислоту выпускают трех квалификаций:

химически чистая (х.ч.) — purissimum (puriss);

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

чистая для анализа (ч.д.а.) — pro analysi (p.a.);
чистая (ч.) — purum (pur.).
(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1а. Лимонная кислота моногидрат и безводная должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке

1 1 По физико-химическим показателям лимонная кислота моногидрат и безводная должна соответствовать нормам, указанным в табл 1

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х ч) 26 3451 026305	чистый для анализа (ч д а) 26 3451 026206	чистый (ч) 26 3451 026107
1 Массовая доля лимонной кислоты ($C_6H_8O_7$ H_2O или $C_6H_8O_7$), %, не менее	99,8	99,8	99,5 (99,0)
2 Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,01
3 Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,01	0,01 (0,02)	0,02 (0,04)
4 Массовая доля оксалатов (C_2O_4), %, не более	0,005	0,05	Не нормируется
5 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001	0,002 (0,005)	0,01
6 Испытание на вещества, обугливаемые серной кислотой (винная кислота и другие)	Должен выдерживать испытание по п 2 7		Не нормируется
7 Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,001	0,002
8 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0002	0,0005 (0,001)	0,002
9 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0001 (0,0002)	0,0005 (0,001)
10 Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001	0,002	0,02

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х ч) 26 3451 026305	чистый для анализа (ч д а) 26 3451 026206	чистый (ч) 26 3451 026107
11. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,00005	0,0005	Не нормируется
12. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00001	Не нормируется	
13. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0001	0,0003 (0,0005)	0,001

Примечание. Лимонную кислоту (моногидрат и безводную) с нормами, указанными в скобках, допускается производить до 01.01.96.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

1а.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г с ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг с ценой деления 10 мг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г с ценой деления 1 мг).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней отобранной пробы должна быть не менее 350 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Определение массовой доли лимонной кислоты

Определение массовой доли лимонной кислоты проводят потенциометрическим и алкалиметрическим титрованием по фенолфталеину.

При разногласиях в оценке массовой доли лимонной кислоты определение проводят потенциометрическим титрованием.

2.2.1. *Определение массовой доли лимонной кислоты потенциометрическим титрованием*

2.2.1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH)=0,5 моль/дм^3 (0,5 н), готовят по ГОСТ 25794.1 (Коэффициент поправки раствора устанавливают по щавелевой кислоте потенциометрическим титрованием в условиях проведения анализа).

Прибор для потенциометрического титрования, удовлетворяющий следующим требованиям:

входное сопротивление для стеклянного электрода — не менее 10^9 Ом точность снятия показателей напряжения — не менее 10 мВ, система электродов — стеклянный, насыщенный каломельный или хлорсеребряный.

Бюретка 7—2—10—0,02 по НТД.

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)—1—250 по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—1—25 по НТД.

Стаканчик для взвешивания СВ—14/8(19/9,24/10) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

2.2.1.2. *Проведение анализа*

Около 3,0000 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в небольшом количестве воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

В стакан вносят при помощи пипетки 25 см^3 полученного раствора, разбавляют водой до 100 см^3, помещают в прибор для потенциометрического титрования и при постоянном перемешивании медленно титруют раствором гидроксида натрия почти до точки эквивалентности. Вблизи точки эквивалентности раствор гидроксида натрия добавляют дозами по 0,1 см^3 и после каждой дозы отмечают потенциал E.

2.2.1.3. *Обработка результатов*

По полученным значениям вычисляют разность между двумя последующими значениями потенциала E и разность между двумя последующими значениями ΔE; отмечают последнее положительное значение разности ΔE (ΔE_p) и первое отрицательное значение раз-

ности ΔE ($\Delta E_п$). На основании этих значений вычисляют объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование до точки эквивалентности (V) в см^3.

$$V = V_0 + \Delta V \cdot \frac{\Delta E_р}{\Delta E_р - \Delta E_п}, \quad (1)$$

где V_0 — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), израсходованный на титрование до точки, соответствующей $\Delta E_р$, см^3;

ΔV — объем добавляемых одинаковых доз раствора гидроксида натрия, см^3;

$\Delta E_р$ — последнее положительное значение разности ΔE, мВ;

$\Delta E_п$ — первое отрицательное значение разности ΔE, мВ.

Примечание. Пример расчета объема титранта, израсходованного на титрование, приведен в приложении 1.

Массовую долю лимонной кислоты моногидрата (X_1) и безводной (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}035023 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 25}; \quad (2)$$

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}032022 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 25}, \quad (3)$$

где V — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование до точки эквивалентности, вычисленный по формуле (1), см^3;

0,035023 — масса моногидрата лимонной кислоты, соответствующая 1,00 см^3 раствора гидроксида натрия концентрации 0,5 моль/дм^3, г;

0,032022 — масса безводной лимонной кислоты, соответствующая 1,00 см^3 раствора гидроксида натрия концентрации 0,5 моль/дм^3, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое резуль-

татов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа не должна превышать ±0,5 % при доверительной вероятности P=0,95.

2.2.2. *Алкалиметрическое титрование по фенолфталеину*

2.2.2.1. *Растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор концентрации с (NaOH)=0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин, раствор с массовой долей 1 % в эталоне, готовят по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Колба Кн—1—250 по ГОСТ 25336.

Бюретка 2—2—25(50)—0,05(0,10) по ГОСТ 25336.

2.2.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,8000 г препарата помещают в колбу для титрования, растворяют в 50 см^3 воды, добавляют 5 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до неисчезающей розовой окраски.

2.2.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю лимонной кислоты моногидрата (X_1) и безводной (X_2) в процентах вычисляют по формулам:

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}035023 \cdot 100}{m}; \qquad (4)$$

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}032022 \cdot 100}{m}, \qquad (5)$$

где V — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), израсходованный на титрование, см^3;

0,035023 — масса моногидрата лимонной кислоты, соответствующая 1,00 см^3 раствора гидроксида натрия, г;

0,032022 — масса безводной лимонной кислоты, соответствующая 1,00 см^3 раствора гидроксида натрия, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±0,6 % при доверительной вероятности P=0,95.

2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

2.3.1. *Реактивы, посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан В(Н)—1—250(400) ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель ТФ ПОР 10 или ПОР 16 ТХС по ГОСТ 25336.

2.3.2. *Проведение определения*

50,00 г препарата растворяют при нагревании в 200 $см^3$ воды в стакане, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане, фильтруют под вакуумом через пористый тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный.

Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 $см^3$ горячей воды и сушат при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим стандарту, если масса высушенного остатка не будет превышать:

для препарата х. ч. — 1 мг;

для препарата ч. д. а. — 2,5 мг;

для препарата ч. — 5 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 30 % относительно среднего результата.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±45 % для квалификации х. ч., ±20 % для квалификации ч. д. а. и ±15 % для квалификации ч. при доверительной вероятности P=0,95.

2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов)

Определение проводят по ГОСТ 27184 с разложением навески в присутствии серной кислоты. Масса навески препарата 10,00 г.

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

для препарата х. ч. — 1 мг,

для препарата ч. д. а. — 1(2) мг,

для препарата ч. — 2(4) мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±45 % для квалификаций х. ч. и ч. д. а., ±25 % для квалификации ч. при доверительной вероятности P=0,95.

2.5. Определение массовой доли оксалатов

2.5.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Цинк гранулированный.

Фенилгидразина хлорид по НТД, ч. д. а. раствор с массовой долей 1 %.

Калий железосинеродистый (калия гексацианоферрат III) по ГОСТ 4206, раствор с массовой долей 5 %, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Раствор с массовой концентрацией щавелевой кислоты 1 мг/см^3, готовят по ГОСТ 4212.

Колба Кн—2—25(5)—18(22) ТХС по ГОСТ 25336.

Пробирка П1—14(16, 21)—120(150, 200) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 4—1(2)—1(2) по НТД.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770.

2.5.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата растворяют в 4 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2 см^3 соляной кислоты, 1 г цинка и нагревают на водяной бане в течение 1 мин. Затем оставляют в покое на 2 мин, после чего раствор переносят в пробирку, содержащую 0,25 см^3 раствора солянокислого фенилгидразина, и нагревают до кипения. Быстро охладив раствор, измеряют его объем, переносят в колбу, прибавляют такой же объем соляной кислоты и 0,25 см^3 раствора железосинеродистого калия, перемешивают и оставляют в покое на 30 мин.

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

для препарата х. ч. — 0,05 мг $C_2H_2O_4$,

для препарата ч. д. а. — 0,5 мг $C_2H_2O_4$

и те же количества реактивов.

2.6. Определение массовой доли сульфатов

2.6.1. *Реактивы, растворы, посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Барий хлористый (бария хлорид) по ГОСТ 4108, спиртовой раствор с массовой долей 5 %, готовят следующим образом: 5,0 г реактива растворяют в смеси 66,5 $см^3$ воды и 28,5 $см^3$ этанола.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации с (HCl)=1 моль/$дм^3$, готовят по ГОСТ 25794.1.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4517.

Желатин, раствор с массовой долей 0,2 %.

Раствор с массовой концентрацией SO_4 1 мг/$см^3$, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией SO_4 0,01 мг/$см^3$.

Раствор прививочный (1 порция), готовят следующим образом: в пробирку помещают 0,1 $см^3$ раствора с массовой концентрацией SO_4 0,01 мг/$см^3$, подкисляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, добавляют 3 $см^3$ раствора хлорида бария и встряхивают 1 мин; раствор применяют свежеприготовленным.

Спирт этиловый ректификованный технический (этанол) по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Колба Кн—2—50—18, Кн—1—50—14/23(19/26) по ГОСТ 25336.

Пробирка П—1—14—120 по ГОСТ 25336.

Пипетка 8—2—0,1(0,2) и 6(7)—2—25 по НТД.

2.6.2. *Проведение анализа*

2,50 г препарата квалификации х. ч. или 1,00 г препарата квалификации ч. д. а. или 0,50 г препарата квалификации ч. помещают в коническую колбу и растворяют в 30 $см^3$ воды. Добавляют 1 $см^3$ раствора желатина (или 1 $см^3$ раствора крахмала) и 1 порцию прививочного раствора, объем раствора доводят водой до 50 $см^3$ и тщательно перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1 ч опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата х. ч. — 0,025 мг SO_4,

для препарата ч. д. а. — 0,02(0,05) мг SO_4,

для препарата ч. — 0,05 мг SO_4

и те же количества реактивов.

2.4—2.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.7. Испытание на вещества, обугливаемые серной кислотой (винная кислота и другие)

2.7.1. *Реактивы, растворы, посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517.

Железо хлорное (железа (III) хлорид) 6-водное по ГОСТ 4147, основной раствор; готовят по ГОСТ 14871.

Кобальт хлористый (кобальта (II) хлорид) 6-водный по ГОСТ 4525, основной раствор; готовят по ГОСТ 14871.

Колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770.

Пробирка П1—16(21)—150(200) ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 4—1(2)—2, 6—1(2)—5(10, 25) по НТД.

2.7.2. *Проведение анализа*

1,00 г растертого препарата для квалификации х. ч. или 0,50 г препарата для квалификации ч. д. а. помещают в пробирку и осторожно прибавляют 10 $см^3$ серной кислоты. Пробирку осторожно помещают в кипящую водяную баню и продолжают нагревание в течение 30 мин, предохраняя от света.

Препарат считают соответствующим стандарту для квалификации х.ч. и ч. д. а., если окраска испытуемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, содержащего 1,1 $см^3$ раствора хлористого кобальта, 5,4 $см^3$ раствора хлорного железа и 3,5 $см^3$ воды.

2.8. Определение массовой доли фосфатов

2.8.1. *Метод определения массовой доли фосфатов по окраске молибденовой сини*

2.8.1.1. *Реактивы, растворы, посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Магний азотнокислый (магния нитрат) 6-водный по ГОСТ 11088.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 % готовят по ГОСТ 4517.

Раствор с массовой концентрацией PO_4 1 мг/$см^3$, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией PO_4 0,01 мг/$см^3$.

Реактив для определения фосфатов (по окраске молибденовой сини с метолом) готовят по ГОСТ 4517.

Колба Кн—2—50—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 6—1(2)—10, 4—1(2)—1(2) по НТД.

Чашка платиновая по ГОСТ 6563.

Пробирка П1—16(21)—150(200) ТХС по ГОСТ 25336.

2.8.1.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата квалификации х.ч. или ч. д. а. или 1,00 г препарата квалификации ч. помещают в платиновую чашку, добавляют раствор, содержащий 0,3 г нитрата магния в 2 $см^3$ воды, высушивают, сжигают и прокаливают до получения белого остатка, который растворяют в 6,3 $см^3$ раствора серной кислоты. Раствор переносят в пробирку и доводят объем раствора водой до 20 $см^3$. К раствору добавляют по 1 $см^3$ растворов 1 и 2 реактива для определения фосфатов и нагревают в течение 20 мин на водяной бане при температуре (60±2) °С. После охлаждения до комнатной температуры объем раствора доводят водой до 25 $см^3$ и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 30 мин при комнатной температуре синяя окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата х. ч. — 0,01 мг PO_4,

для препарата ч. д. а. — 0,02 мг PO_4,

для препарата ч. — 0,02 мг PO_4

и те же количества реактивов.

2.8.2. *Метод определения массовой доли фосфатов по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса*

2.8.2.1. *Реактивы, растворы, посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517.

Магний азотнокислый (магния нитрат) 6-водный по ГОСТ 11088.

Раствор с массовой концентрацией PO_4 1 мг/$см^3$ готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией PO_4 0,01 мг/$см^3$.

Реактив для определения фосфатов (по окраске желтого комплекса) готовят по ГОСТ 4517.

Чашка платиновая по ГОСТ 6563.

Пипетка 4—1(2)—1(2), 6—(2)—10(25) по НТД.

Колба Кн—2—50—22 ТХС по ГОСТ 25336.

2.8.2.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в платиновую чашку, смешивают с 0,5 г азотнокислого магния и смачивают 1 $см^3$ воды. Нагревают на песчаной бане, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 400—500 °С до полного сгорания угля. При неполном сгорании остаток смачивают водой, выпаривают раствор на водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета. К остатку прибавляют 2 $см^3$ раствора азотной кислоты и выпаривают раствор на водяной бане почти досуха. Остаток растворяют в 15 $см^3$ воды при нагревании на водяной бане, раствор переносят в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$, охлаждают, прибавляют 10 мл реактива на фосфаты и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин при комнатной температуре желтая окраска раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата х. ч. — 0,01 мг PO_4,

для препарата ч. д. а. — 0,02 мг PO_4,

для препарата ч. — 0,04 мг PO_4

и те же количества реактивов.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят методом определения по желтой окраске фосфорнованадиево-молибденового комплекса.

2.9. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7.

При этом 5,00 г препарата квалификации х. ч. или ч. д. а. или 2,50 г препарата квалификации ч. помещают в коническую колбу и далее испытание проводят визуально-нефелометрическим методом по способу 1.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 15 мин после выдержки в темноте опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата х. ч. — 0,01 мг Cl,

для препарата ч. д. а. — 0,025(0,05) мг Cl,

для препарата ч. — 0,05 мг Cl

и те же количества реактивов.

2.10. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555 1,10-фенантролиновым или роданидным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа проводят определение 1,10-фенантролиновым методом фотометрически.

2.10.1. *1,10-фенантролиновый метод*

2,00 г препарата квалификации х. ч. и ч. д. а. или 1,00 г препарата квалификации ч. помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 15 $см^3$ воды, прибавляют раствор аммиака до pH 5 по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос) и перемешивают. Далее определение проводят 1,10-фенантролиновым методом по ГОСТ 10555.

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

для препарата х. ч. — 0,002 мг,

для препарата ч. д. а. — 0,002(0,004) мг,

для препарата ч. — 0,005(0,01) мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

2.10.2. *Роданидный метод*

2,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 20 $см^3$ воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10555 роданидным методом с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием.

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

для препарата х. ч. — 0,002 мг,

для препарата ч. д. а. — 0,002(0,004) мг,

для препарата ч. — 0,01(0,02) мг.

2.7.1—2.10. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.10.2.1—2.11.2. **(Исключены, Изм. № 1, 2).**

2.12. Определение массовой доли кальция

Определение проводят пламенно-фотометрическим методом по ГОСТ 26726. При определении используют колбу 2—100—1(2) по ГОСТ 1770 и пипетки 6(7)—1(2)—25 и 4—1(2)—1(2) по НТД.

5,00 г препарата растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Масса Са, введенная в раствор сравнения, мг	Массовая доля Са в пересчете на препарат, %
1	0,05	0,001
2	0,1	0,002
3	0,25	0,005
4	0,5	0,01
5	1,0	0,02
6	1,5	0,03

Растворы сравнения с массовой долей в интервале 0,001—0,03 % Са готовят следующим образом: в шесть мерных колб помещают по 25 $см^3$ воды и указанные в табл. 2 массы Са, доводят объем растворов водой до метки и тщательно перемешивают.

Далее проводят определение по ГОСТ 26726.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %.

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

2.12. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.12.1—2.12.8. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.13. Определение массовой доли меди

Определение проводят по ГОСТ 10554 методом с применением диэтилдитиокарбамата натрия. При этом 5,00 г препарата квалификации х. ч. помещают в цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 40 $см^3$ воды, прибавляют 5 $см^3$ раствора соляной кислоты, 5 $см^3$ раствора трилона Б и 5 $см^3$ раствора пирофосфорнокислого натрия (пирофосфата натрия) и перемешивают, или 1,00 г препарата квалификации ч. д. а. помещают в цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 30 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 1 $см^3$ раствора трилона Б, 2 $см^3$ раствора пирофосфата натрия и перемешивают.

К полученному раствору прибавляют 7 $см^3$ изоамилового спирта, два раза по 2 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, перемеши-

вая после каждого прибавления в течение 1 мин, раствор выдерживают до полного расслоения. Далее определение проводят по ГОСТ 10554.

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

для препарата х. ч. — 0,0025 мг Cu,

для препарата ч. д. а. — 0,005 мг Cu.

2.14. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485 с применением бромно-ртутной бумаги. При этом трубка в приборе для определения мышьяка должна иметь диаметр 2—3 мм.

5,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка и далее определение проводят в сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумажки от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумажки от раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата х. ч. — 0,0005 мг As

и те же количества реактивов.

2.15. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319 сероводородным или тиоацетамидным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят тиоацетамидным методом фотометрически.

2.15.1. *Сероводородный метод*

Определение проводят по ГОСТ 17319.

При этом 5,00 г препарата растворяют в 15 $см^3$ воды, нейтрализуют раствором аммиака до pH 7 по универсальной индикаторной бумажке (проба на вынос), объем раствора доводят водой до 30 $см^3$ и далее проводят анализ сероводородным методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата х. ч. — 0,005 мг Pb,

для препарата ч. д. а. — 0,015(0,025) мг Pb,

для препарата ч. — 0,05 мг Pb

и те же количества реактивов.

2.15.2. *Тиоацетамидный метод*

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 5,00 г препарата растворяют в 10—15 $см^3$ раствора аммиака, при необходимости доводят pH раствора до 7 раствором аммиака или соляной кислоты по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), доводят объем раствора водой до объема 20 $см^3$ и далее проводят определение фотометрическим тиоацетамидным методом или визуально-колориметрическим.

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

для препарата х. ч. — 0,005 мг Pb,

для препарата ч. д. а. — 0,015(0,025) мг Pb,

для препарата ч. — 0,05 мг Pb.

2.12—2.15. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—7, 2—9, 3—5, 11-1, 11-3, 11—6.

Группа фасовки:II, III, IV, V, VI, VII.

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

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

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

4.1. Изготовитель гарантирует соответствие лимонной кислоть требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Лимонная кислота вызывает раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

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

5.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Все работы с препаратом следует проводить в вытяжном шкафу.

5.4. Лимонная кислота негорючее и непожароопасное вещество.

Разд. 4; 5. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

ПРИМЕР РАСЧЕТА МАССОВОЙ ДОЛИ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ

Объем титрованного раствора NaOH, $см^3$	Полученный потенциал E, мВ	Разность между двумя последующими величинами E, мВ	Разность между последующими величинами ΔE, мВ
8,2	639	77	+126
8,3	716	203	
8,4	919	44	−159
8,5	963		

Введя в формулу полученные величины при K=1,021, вычисляют

$$V = (8{,}3 + 0{,}1 \cdot \frac{126}{126 - (-159)}) \cdot 1{,}021 = 8{,}519.$$

Массовой доли лимонной кислоты ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{35{,}024 \cdot 8{,}519}{2{,}9875} = 99{,}88.$$

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Приложение 2. **(Исключено, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова, Л.В. Кидиярова, И.Л. Ротенберг, Е.Д. Шигина, Т.М. Сас, Н.П. Никонова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.06.69 № 704**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 3652—69**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 394—88.**

Стандарт соответствует МС ИСО 6353-2—83 в части квалификации ч.д.а.

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.2.1.1, 2.5.1, 2.7.1, 2.12
ГОСТ 3118—77	2.5.1, 2.6.1, 2.7.1
ГОСТ 3885—73	1а.1, 2.1, 3.1
ГОСТ 4108—72	2.6.1
ГОСТ 4147—74	2.7.1
ГОСТ 4204—77	2.7.1, 2.8.1.1
ГОСТ 4206—75	2.5.1
ГОСТ 4212—76	2.5.1, 2.6.1, 2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 4328—77	2.2.1.1, 2.2.2.1
ГОСТ 4461—77	2.8.2.1
ГОСТ 4517—87	2.5.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 4525—77	2.7.1
ГОСТ 4919.1—77	2.2.2.1
ГОСТ 6563—75	2.8.1.1, 2.8.2.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 6709—72	2.2.1.1, 2.2.2.1, 2.3.1, 2.5.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 10163—76	2.6.1
ГОСТ 10485—75	2.14
ГОСТ 10554—74	2.13
ГОСТ 10555—75	2.10, 2.10.1, 2.10.2
ГОСТ 10671.7—74	2.9
ГОСТ 11088—75	2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 14871—76	2.7.1
ГОСТ 17319—76	2.15, 2.15.1, 2.15.2
ГОСТ 18300—87	2.2.2.1, 2.6.1
ГОСТ 22180—76	2.5.1
ГОСТ 25336—82	2.2.1.1, 2.2.2.1, 2.3.1, 2.5.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 25794.1—83	2.2.1.1, 2.2.2.1, 2.6.1
ГОСТ 26726—85	2.12
ГОСТ 27025—86	2.1а
ГОСТ 27184—86	2.4

7. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1978 г., в июне 1989 г. (ИУС 11—78, 11—89)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Ю. Митрофанова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 27.01.97. Подписано в печать 18.02.97.
Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,30. Тираж 188 экз. С163. Зак. 126.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru