

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РАСТВОРЫ ВОДНЫЕ ЗАЩИТНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ДРЕВЕСИНЫ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 28815—90

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 630.841.1:006.354 Группа Л16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РАСТВОРЫ ВОДНЫЕ ЗАЩИТНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ДРЕВЕСИНЫ

Технические условия

Aqueous solutions of wood protective means. Specifications

ГОСТ 28815—90

ОКСТУ 5309

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт распространяется на водные растворы био- и огнебиозащитных средств для древесины и устанавливает технические требования к ним, требования безопасности и методы анализа.

Перечень защитных средств для древесины (далее — препаратов) и их назначение приведены в табл. 1.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Растворы препаратов для древесины должны готовиться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по рецептуре и технологическому регламенту, утвержденным в установленном порядке.

Растворы препаратов готовят на месте потребления.

1.2. Характеристики

1.2.1. В зависимости от условий службы и назначения пропитанной древесины препараты готовят нескольких марок с концентрациями, указанными в табл. 1.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Таблица 1

Препарат	Марка препарата	Концентрация препарата, %	Назначение препарата	
			биозащита (класс службы по ГОСТ 20022.2)	огнезащита (поглощение, кг/м³, обеспечивающее перевод древесины в группу трудносгораемых материалов по ГОСТ 16363)
ХМФ-БФ	—	От 5 до 20 включ.	I—XIII	—
ХМФС	—	От 5 до 20 включ.	I—XIII	—
ХМББ	ХМББ-3324 ХМББ-1212 ХМББ-3239 ХМББ-1128	От 5 до 11 включ. » 5 » 11 » » 5 » 8 » » 5 » 7 »	VIII—XIII V—X V—VII I—IV	— — 85 80
ХМХА	ХМХА-112 ХМХА-116 ХМХА-1110	От 5 до 15 включ. » 10 » 20 » » 15 » 30 »	IX—X VI—VIII I—V	— — 70—85
ФБС	ФБС-211 ФБС-255 ФБС-2515	От 2 до 7 включ. » 5 » 15 » » 10 » 17 »	VI—VIII III—VIII I—V	— — 70—80
БС-13	—	От 5 до 20 включ.	I—VII	65
ББ	ББ-11 ББ-32 ББ-32П	От 5 до 20 включ.	IV—VII I—III I—V в условиях возможного поражения древесины плесневыми грибами	60—65 —
ДМФ	ДМФ-112 ДМФ-552 ДМФ-551	От 3 до 8 включ » 5 » 20 » » 10 » 25 »	IV, VII II, III I	— 68—75

Продолжение табл. 1

Препарат	Марка препарата	Концентрация препарата, %	Назначение препарата	
			биозащита (класс службы по ГОСТ 20022.2)	огнезащита (поглощение, кг/м³, обеспечивающее перевод древесины в группу трудносгораемых материалов по ГОСТ 16363)
ГР48—23ПС	—	От 2 до 4 включ.	Для защиты сырых пиломатериалов от деревоокрашивающих и плесневых грибов на период транспортирования и сушки	—

Для поддержания стабильности растворов препарата ХМББ к нему добавляют уксусную кислоту квалификации «ледяная» по ГОСТ 61 до pH 4,0—4,5.

1.2.2. Содержание компонентов препаратов должно соответствовать указанному в табл. 2.

1.2.3. По физико-химическим свойствам растворы препаратов должны соответствовать нормам, указанным в табл. 3.

1.2.4. *Требования безопасности*

Защитные средства для древесины относятся к токсичным продуктам. Класс опасности компонентов, предельно допустимая концентрация их в воздухе рабочей зоны и водоеме санитарно-бытового назначения, а также воздействие на организм человека приведены в табл. 4; класс опасности препаратов разных марок и их рабочих растворов — в приложении 2.

Методика и пример расчета класса опасности препаратов и их растворов приведены в приложении 3.

1.2.5. Общие требования безопасности — по ГОСТ 12.3.034.

1.2.6. Стены, полы и потолки в помещении, где готовят растворы препаратов, должны быть удобными для влажной уборки. Полы должны иметь уклон 1/100 м для стока случайно пролитого раствора и промывных вод.

1.2.7. Проверка микроклимата, наличия паров и пыли вредных веществ в производственных помещениях должна производиться в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и нормами, утвержденными Министерством здравоохранения СССР.

Препарат	Марка препарата	Содержание компонентов		
		натрия бихромата ($Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$) по ГОСТ 2651 или калия бихромата по ГОСТ 2652	купороса медного ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 19347	натрия кремнефтористого (Na_2SiF_6) по ТУ 113—08—587
ХМФ-БФ	—	3,8	2,0	—
ХМФС	С бифторидом-фторидом аммония	1	1	—
	С фторидом аммония	1	1	—
ХМББ	ХМББ-3324	3	3	—
	ХМББ-3239	3	2	—
	ХМББ-1212	1	2	—
	ХМББ-1128	1	1	—
ХМХА	ХМХА-112	1	1	—
	ХМХА-116	1	1	—
	ХМХА-1110	1	1	—
ФБС	ФБС-211	—	—	—
	ФБС-255	—	—	—
	ФБС-2515	—	—	—
БС-13	—	—	—	—
ББ	ББ-11	—	—	—
	ББ-32	—	—	—
	ББ-32П	—	—	—
ДМФ	ДМФ-112	—	—	—
	ДМФ-552	—	—	—
	ДМФ-551	—		—
ГР48—23ПС	—	—	—	—

Таблица 2

препаратов в частях массы

натрия фтористого (NaF) по ТУ 113—08—586	аммония бифторид-фторида ($NH_4F \cdot HF \pm NH_4F$) по ТУ 113—08—544	буры ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) по ГОСТ 8429	кислоты борной (H_3BO_3) по ГОСТ 18704
1,0	2,0	—	—
—	1	—	—
—	—	—	—
— — — —	— — — —	2 3 1 2	4 9 2 8
— — —	— — —	— — —	— — —
2 2 2	— — —	— — —	1 5 5
—	—	—	1
— — —	— — —	1 3 2,95	1 2 2
2 2 1	— — —	— — —	— — —
—	—	—	—

Препарат	Марка препарата	Содержание компонентов	
		аммония хлористого (NH_4Cl) по ГОСТ 2210	соды кальцинированной (Na_2CO_3) по ГОСТ 5100
ХМФ-БФ	—	—	—
ХМФС	С бифторидом-фторидом аммония	—	4
	С фторидом аммония	—	3
ХМББ	ХМББ-3324	—	—
	ХМББ-3239	—	—
	ХМББ-1212	—	—
	ХМББ-1128	—	—
ХМХА	ХМХА-112	2	—
	ХМХА-116	6	—
	ХМХА-1110	10	—
ФБС	ФБС-211	—	1
	ФБС-255	—	5
	ФБС-2515	—	15
БС-13	—	—	3
ББ	ББ-11	—	—
	ББ-32	—	—
	ББ-32П	—	—
ДМФ	ДМФ-112	—	—
	ДМФ-552	—	—
	ДМФ-551	—	—
ГР48—23ПС	—	—	3

Продолжение табл. 2

препаратов в частях массы

пентахлорфенолята натрия ($C_6Cl_5ONa \cdot H_2O$) по ТУ 6—04—6	аммония фторида (NH_4F) по ГОСТ 4518	диаммонияфосфата $[(NH_4)_2HPO_4]$ по ГОСТ 8515	карбамида $[CO(NH_2)_2]$ по ГОСТ 2081
—	—	—	—
—	—	—	—
—	2	—	—
— — — —	— — — —	— — — —	— — — —
— — —	— — —	— — —	— — —
— — —	— — —	— — —	— — —
—	—	—	—
— — 0,05	— — —	— — —	— — —
— — —	— — —	1 5 5	1 5 5
2	—	—	—

Наименование показателя	Норма для 100 см³ раствора	
	ХМФ-БФ	ХМФС с бифторидом-фторидом аммония
Масса компонента:		
натрия или калия бихромата	0,43	0,14
купороса медного	0,22	0,14
иона фтора	0,19	0,09
общего бора в пересчете на борную кислоту	—	—
аммония хлористого	—	—
пентахлорфенолята натрия в пересчете на моногидрат	—	—
соды кальцинированной в пересчете на безводный карбонат натрия	—	—
диаммонийфосфата	—	—
карбамида г, не менее	—	—
Показатель концентрации водородных ионов (pH) водного раствора	5%-ного раствора — 5,0; 20%-ного раствора — 6,2	5%-ного раствора — 8,92; 20%-ного раствора — 9,08
Плотность рабочих растворов при 20°С, г/см³	1,033—1,108	1,035—1,136

Таблица 3

препарата с массовой долей 1%*

ХМФС с фторидом аммония	ХМББ-3324	ХМББ-3239	ХМЕБ-1212	ХМББ-1128
0,14	0,25	0,17	0,17	0,08
0,14	0,25	0,12	0,33	0,08
0,15	—	—	—	—
—	0,37	0,54	0,37	0,66
—	—	—	—	—
—	—	—	—	—
—	—	—	—	—
—	—	—	—	—
—	—	—	—	—
5%-ного раствора — 8,66; 20%-ного раствора — 8,68	4,5—5,5	4,5—5,5	4,5—5,5	4,5—5,5
1,033—1,127	1,025—1,054	1,020—1,037	1,033—1,064	1,019—1,029

Наименование показателя	Норма для 100 см³ раствора		
	ХМХА-112	ХМХА-116	ХМХА-1110
Масса компонента:			
натрия или калия бихромата	0,25	0,12	0,08
купороса медного	0,25	0,12	0,08
иона фтора	—	—	—
общего бора в пересчете на борную кислоту	—	—	—
аммония хлористого	0,50	0,76	0,84
пентахлорфенолята натрия в пересчете на моногидрат	—	—	—
соды кальцинированной в пересчете на безводный карбонат натрия	—	—	—
диаммонийфосфата	—	—	—
карбамида г, не менее	—	—	—
Показатель концентрации водородных ионов (pH) водного раствора	3,1—3,7	3,0—3,5	2,7—3,1
Плотность рабочих растворов при 20°С, г/см³	1,024—1,069	1,038—1,075	1,050—1,099

Продолжение табл. 3

препарата с массовой долей 1%*				
ФБС-211	ФБС-255	ФБС-2515	БС-13	ББ-11
—	—	—	—	—
—	—	—	—	—
0,23	0,08	0,04	—	—
0,25	0,41	0,23	0,25	0,70
—	—	—	—	—
—	—	—	—	—
0,25	0,42	0,68	0,75	—
—	—	—	—	—
—	—	—	—	—
9,25—9,33	9,25—9,33	10,07—10,10	10,19—10,24	8,0—9,0
1,016—1,055	1,034—1,098	1,080—1,119	1,040—1,152	1,017—1,076

Наименование показателя	Норма для 100 см³		
	ББ-32	ББ-32П	ДМФ-112
Масса компонента:			
натрия или калия бихромата	—	—	—
купороса медного	—	—	—
иона фтора	—	—	0,23
общего бора в пересчете на борную кислоту	0,68	0,67	—
аммония хлористого	—	—	—
пентахлорфенолята натрия в пересчете на моногидрат	—	0,01	—
соды кальцинированной в пересчете на безводный карбонат натрия	—	—	—
диаммонийфосфата	—	—	0,25
карбамида г, не менее	—	—	0,25
Показатель концентрации водородных ионов (pH) водного раствора	8,0—9,0	9,0	7,13—7,20
Плотность рабочих растворов при 20°С, г/см³	1,018—1,076	1,018—1,076	1,018—1,048

* Норма указана с расчетом на 100%-ное содержание основного вещества

Продолжение табл. 3

раствора препарата с массовой долей 1%*

ДМФ-552	ДМФ-551	ГР48-23ПС	Метод анализа
—	—	—	По п. 2.3
—	—	—	По п. 2.4
0,08	0,05	—	По п. 2.5
—	—	—	По п. 2.6
—	—	—	По п. 2.7
—	—	0,40	По п. 2.8
—	—	0,6	По п. 2.9
0,41	0,45	—	По п. 2.10
0,41	0,45	—	По п. 2.11
7,08—7,15	7,12—7,15	9,52—9,78	По п. 2.12
1,025—1,090	1,045—1,103	1,014—1,027	По ГОСТ 18995.1

в компоненте.

Таблица 4

Компоненты препарата	Препараты, содержащие компонент	Класс опасности компонента по ГОСТ 12.1.005	ПДК в воздухе рабочей зоны, мг/м³	ПДК в водоеме санитарно-бытового назначения, мг/дм³	Воздействие на организм человека
Натрия пентахлорфенолят	ГР48-23ПС; ББ	I	0,10	5,0	Вещество чрезвычайно опасное; раздражает слизистые оболочки верхних дыхательные путей и кожные покровы
Натрия бихромат или калия бихромат	ХМББ; ХМФ-БФ; ХМФС; ХМХА	I	0,01 (CrO_3)	0,1 (Cr^{6+})	Вещества чрезвычайно опасные; вызывают местное раздражение кожи и слизистых; общетоксическое действие сказывается в поражении почек, печени, желудочно-кишечного тракта и сердечно-сосудистой системы; способны накапливаться в организме; являются канцерогенами
Купорос медный	ХМББ; ХМФ-БФ; ХМФС; ХМХА	II	0,5 (по меди)	1,0 (Cu^{2+})	Вещество высокоопасное; вызывает желудочно-кишечные расстройства

Продолжение табл. 4

Компоненты препарата	Препараты, содержащие компонент	Класс опасности компонента по ГОСТ 12.1.005	ПДК в воздухе рабочей зоны, мг/м³	ПДК в водоеме санитарно-бытового назначения, мг/дм³	Воздействие на организм человека
Натрий фтористый, аммоний фтористый, аммония бифторид-фторид	ХМФ-БФ; ХМФС; ФБС; ДМФ	II	0,2	1,5 (F^-)	Вещества высокоопасные; раздражают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, легких, желудка, кожные покровы; при остром отравлении главное значение имеет действие на центральную нервную систему и местное действие на легкие и желудочно-кишечный тракт; обладают мутогенным воздействием на организм
Аммоний хлористый	ХМХА	III	10,0	2,0 (N) 300,0 (Cl^-)	—
Бура, кислота борная	ХМББ; ББ; ФБС; БС-13; ГР48-23ПС	III	10,0	0,5 (B)	Вещества умеренно опасные; вызывают заболевания верхних дыхательных путей, пищеварительных органов, а также дерматиты

Продолжение табл. 4

Компоненты препарата	Препараты, содержащие компонент	Класс опасности компонента по ГОСТ 12.1.005	ПДК в воздухе рабочей зоны, мг/м³	ПДК в водоеме санитарно-бытового назначения, мг/дм³	Воздействие на организм человека
Сода кальцинированная	ХМФС; ФБС; БС-13; ГР48-23ПС	III	2,0	—	Вещество умеренно опасное; вызывает раздражение дыхательных путей, конъюнктивит; при длительной работе с растворами возможны экземы, разрыхление кожи
Карбамид	ДМФ	III	10,0	—	Вещество умеренно опасное
Диаммонийфосфат	ДМФ	—	—	—	Общее токсическое действие возможно лишь при весьма высоких дозах и в производственных условиях не опасно; вдыхание пыли диаммонийфосфата может вызвать раздражение слизистых оболочек дыхательных путей

1.2.8. Попадание растворов препаратов в почву и водоемы не допускается. Излишки растворов, а также пришедшая в негодность специальная одежда и обувь должны быть захоронены в местах, исключающих вымывание вредных веществ в почву и воду.

Места захоронения и способы утилизации должны быть согласованы с местными органами Государственного санитарного надзора.

2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1. Для проверки качества растворов препаратов на соответствие требованиям п. 1.2.3 отбирают пробу из емкости для приготовления раствора. Пробу отбирают стеклянной трубкой внутренним диаметром около 20 мм и длиной 1,2 м. Трубку погружают в хорошо перемешанный раствор на глубину около 0,6 м, закрывают открытый конец трубки и вынимают ее. Раствор препаратов ФБС, ХМББ, ХМХА, БС, ББ, ДМФ и ГР 48—23 ПС сливают в сухую склянку с притертой пробкой, раствор препаратов ХМФ-БФ и ХМФС — в сухую плотно закрываемую полиэтиленовую емкость.

2.2. Объем пробы, отбираемой на анализ фотоэлектроколориметрическим и потенциометрическим методами, в зависимости от концентрации раствора определяют по табл. 5.

Таблица 5

Концентрация анализируемого раствора, %	Объем отбираемой на анализ пробы, см³
1—3	5,0
4—5	2,0
6—10	1,0
11—30	0,5

2.3. Определение массы бихромата натрия или бихромата калия в растворе препаратов ХМББ, ХМФ-БФ, ХМФС и ХМХА с массовой долей 1% фотоэлектроколориметрическим методом

2.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М или другой аналогичный прибор.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 250 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации c ($\frac{1}{2}H_2SO_4$) = 0,9 моль/дм³ (0,9 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бихромат натрия по ГОСТ 2651 или бихромат калия по ГОСТ 2652, стандартный водный раствор, содержащий 4 мг соединения в 1 см³.

Стандартный водный раствор готовят следующим образом: 1 г бихромата натрия или бихромата калия помещают в колбу вместимостью 250 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В 5 мерных колб вместимостью 50 см³ отмеряют пипеткой 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ стандартного раствора бихромата натрия или бихромата калия, доводят объем до метки раствором серной кислоты концентрации c ($^1/_2\,H_2SO_4$) = 0,9 моль/дм³ (0,9 н.) и тщательно перемешивают. Полученные образцовые растворы содержат в 1 см³ соответственно 0,04; 0,08; 0,16; 0,32 и 0,48 мг бихромата натрия или бихромата калия. Через 30 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, используя синий светофильтр с областью пропускания (350±0,02) нм и кювету с расстоянием между рабочими гранями 10 мм и высотой 30 мм. Раствором сравнения служит раствор серной кислоты концентрацией c ($^1/_2\,H_2SO_4$) = 0,9 моль/дм³ (0,9 н.). По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора от его концентрации.

2.3.3. *Проведение анализа*

Объем пробы, отбираемой на анализ, определяют для каждого препарата по табл. 5 в зависимости от концентрации сухого вещества в растворе препарата. Отобранную пробу помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем до метки раствором серной кислоты концентрации c ($^1/_2\,H_2SO_4$) = 0,9 моль/дм³ (0,9 н.), хорошо перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре. Концентрацию бихромата натрия или бихромата калия находят по градуировочному графику.

2.3.4. *Обработка результатов*

Массу бихромата натрия или бихромата калия (m) в граммах в 100 см³ раствора препарата с массовой долей 1% вычисляют по формуле

$$m = \frac{m' \cdot V_1}{K \cdot V \cdot 10}, \qquad (1)$$

где m' — масса бихромата натрия или бихромата калия в 1 см³ раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем пробы, взятой на анализ, см³;

V_1 — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент, численно равный массовой доле сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1).

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05% при доверительной вероятности P = 0,95.

2.4. Определение массы медного купороса в 100 см³ раствора препаратов ХМББ, ХМФ-БФ, ХМФС, ХМХА с массовой долей 1% фотоэлектроколориметрическим методом

2.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотоэлектроколориметр марки ФЭК-56М или другой аналогичный прибор.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 250 см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Стандартный водный раствор медного купороса по ГОСТ 4165, содержащий 2 мг иона меди (Cu^{+2}) в 1 см³.

Стандартный раствор готовят следующим образом: 1,9645 г медного купороса помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

2.4.2. *Построение градуировочного графика*

В 5 мерных колб вместимостью 50 см³ отмеряют пипеткой 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ стандартного раствора медного купороса, приливают в каждую 10 см³ водного аммиака, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Полученные образцовые растворы содержат в 1 см³ соответственно 0,02; 0,04; 0,08; 0,16 и 0,24 мг иона меди. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя красный светофильтр с областью пропускания (620±0,02) нм и кювету с расстоянием между рабочими гранями 10 мм и высотой 30 мм. Раствором сравнения служит дистиллированная вода. По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора от концентрации ионов меди.

2.4.3. *Проведение анализа*

Объем пробы, отбираемой на анализ, определяется по табл. 5 для каждого препарата в зависимости от концентрации сухого вещества в растворе. Отобранную пробу помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 10 см³ концентрированного водного аммиака, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре. Концентрацию ионов меди находят по градуировочному графику.

2.4.4. *Обработка результатов*

Массу медного купороса (m_1) в граммах в 100 см³ раствора препарата с массовой долей 1% вычисляют по формуле

$$m_1 = \frac{m' \cdot V_1 \cdot 3{,}9295}{K \cdot V \cdot 10}, \qquad (2)$$

где m' — масса ионов меди в 1 см³ раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем пробы, взятой на анализ, см³;

V_1 — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент, численно равный массовой доле сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1);

3, 9295 — коэффициент пересчета ионов меди в медный купорос.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05% при доверительной вероятности $P=0,95$.

2.5. Определение массы иона фтора в 100 см³ раствора препаратов ХМФС, ХМФ-БФ, ФБС, ДМФ с массовой долей 1% потенциометрическим методом

2.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Иономер универсальный марки ЭВ-74.

Фторидный электрод.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 40%.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, концентрированная.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280.

Натрий уксуснокислый технический по ГОСТ 2080.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, стандартный водный раствор, содержащий 1 мг фтора в 1 см³. Раствор готовят следующим образом: 0,2211 г высушенного при (105—110)°С фтористого натрия квалификации х. ч. или ч. д. а. растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в колбе из кварцевого стекла.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Колба из кварцевого стекла по ГОСТ 19908, вместимостью 100 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 100, 1000 см³.

Пипетка по ГОСТ 20292, вместимостью 1 см³.

Буферный раствор с pH (6,0—6,5); раствор готовят следующим образом: 58,5 г хлористого натрия, 102 г уксуснокислого натрия и 15 г лимоннокислого натрия, взвешенных с погрешностью не более 0,02 г, 1 см³ уксусной кислоты растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. На pH-метре измеряют pH полученного раствора и в тех случаях, когда его величина выше или ниже (6,0—6,5), к раствору добавляют соответственно уксусную кислоту или гидроокись натрия с массовой долей сухого вещества в растворе 40%.

2.5.2. *Построение градуировочного графика*

В 6 мерных колб вместимостью 50 см³ отмеривают пипеткой 1; 2; 3; 5; 8 и 10 см³ стандартного раствора фтористого натрия, приливают в каждую 25 см³ буферного раствора, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Полученные таким образом образцовые растворы содержат в 1 см³ соответственно 0,02; 0,04; 0,06; 0,10; 0,16 и 0,20 мг иона фтора. Через 30 мин измеряют активность иона фтора на иономере с помощью фторидного электрода. По полученным данным строят градуировочный график в полулогарифмических координатах, откладывая по оси абсцисс величину активности иона фтора, замеренную на иономере, а по оси ординат— величину логарифма концентрации.

2.5.3. *Проведение анализа*

Объем пробы раствора, отбираемой на анализ, определяют по табл. 5 для каждого препарата в зависимости от концентрации сухого вещества в растворе. Отобранную пробу помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 25 см³ буферного раствора, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Через 30 мин измеряют активность иона фтора на иономере, как указано в п. 2.4.2. Концентрацию иона фтора вычисляют путем взятия антилогарифма от величины логарифма концентрации, определенной по градуировочному графику.

2.5.4. *Обработка результатов*

Массу ионов фтора (m_2) в граммах в 100 см³ раствора препарата с массовой долей 1 % вычисляют по формуле

$$m_2 = \frac{m' \cdot V}{V_1 \cdot K \cdot 10}, \qquad (3)$$

где m' — масса иона фтора в 1 см³ раствора, определенная по п. 2.5.3, мг;

V — объем анализируемого раствора для определения активности иона фтора, см³;

V_1 — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент, численно равный массовой доле сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1).

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

2.6. Определение массы общего бора в пересчете на борную кислоту в 100 см³ раствора препаратов ББ, ФБС, БС, ХМББ с массовой долей 1 % методом титрования

2.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы с погрешностью взвешивания не менее 0,0002 г.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = =0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) =0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор концентрации c ($^1/_2$ $BaCl_2$) =0,2 моль/дм³ (0,2 н.).

Маннит.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метиловый красный (индикатор).

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360.

Тимолфталеин (индикатор).

Бромкрезоловый зеленый (индикатор).

Смешанный индикатор; готовят следующим образом: в 100 см³ этилового спирта растворяют 50 мг метилового красного, 300 мг фенолфталеина, 300 мг тимолфталеина и 100 мг бромкрезолового зеленого.

Стакан химический по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см³.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 100 и 1000 см³.

2.6.2. *Проведение анализа*

Из раствора препарата для анализа отбирают пробу объемом 10—15 см³. При анализе препарата ББ (включающего в состав пентахлорфенолят натрия) к отобранной пробе раствора добавляют 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствор соляной кислоты до кислой реакции (по индикаторной бумаге) и затем (1—2) см³ избытка кислоты. Выпавший осадок промывают дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой. При анализе препарата ХМББ к отобранной пробе прибавляют 5 см³ раствора хлористого бария и гидроокиси натрия до pH (6,5—7,0), нагревают до кипения и дают осесть осадку. Осадок отфильтровывают и промывают разбавленным раствором хлористого бария.

Общий объем фильтрата и промывных вод не должен превышать 100 см³. К фильтрату при анализе растворов препарата ББ добавляют 3 капли метилового красного до розового окрашивания раствора; при анализе растворов препаратов БС-13, ФБС и ХМББ — несколько капель смешанного индикатора и соляной кислоты до красного окрашивания раствора. Колбу закрывают часовым стеклом и содержимое ее кипятят в течение 5 мин для удаления углекислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) =0,5 моль/дм³ (0,5 н.) до перехода окраски из розовой в желтую (для препарата ББ) или из красной в зеленую (для препаратов БС-13, ФБС, ХМББ). Добавляют 5 г маннита, 10 капель

фенолфталеина (для препарата ББ) и титруют раствором гидроокиси натрия с концентрацией c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) до перехода окрашивания от розового через желтое до бледно-розового (для препарата ББ) или через зеленое до фиолетового окрашивания (для препаратов БС, ФБС и ХМББ), не исчезающего при добавлении маннита.

2.6.3. *Обработка результатов*

Массу общего бора (m_3) в граммах в 100 см³ раствора с массовой долей 1% в пересчете на борную кислоту вычисляют по формуле

$$m_3 = \frac{V_1 \cdot 0{,}0309165 \cdot 100}{V \cdot K}, \qquad (4)$$

где V — объем пробы, взятый для анализа, см³;

V_1 — объем гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент, численно равный содержанию сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1);

0,0309165 — масса борной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,04% при доверительной вероятности P = 0,95.

2.7. Определение массы хлористого аммония 100 см³ раствора препарата ХМХА с массовой долей 1% методом титрования

2.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы с погрешностью взвешивания не менее 0,0002 г.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор с массовой долей 20%.

Фенолфталеин (индикатор) ТУ 6—09—5360, спиртовой раствор с массовой долей 0,1%.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328 раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см³.

Пипетка по ГОСТ 20292, вместимостью 10 см³.

2.7.2. *Проведение анализа*

Из раствора препарата ХМХА с массовой долей до 15% для анализа отбирают пробу объемом 1 см³, а с массовой долей от 16 до 30% — 0,5 см³. Отобранную пробу переносят в коническую

колбу, приливают 30 см³ воды и 10 см³ формалина, оставляют на 2—3 мин и затем титруют раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) в присутствии фенолфталеина (2—3 капли) до появления бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Одновременно в тех же условиях определяют поправку на содержание муравьиной кислоты в формалине, для чего в коническую колбу отмеряют пипеткой 10 см³ формалина, добавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) до появления бледно-розовой окраски.

2.7.3. *Обработка результатов*

Массу хлористого аммония (m_4) в граммах в 100 см³ раствора препарата с массовой долей 1% вычисляют по формуле

$$m_4 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0053942 \cdot 100}{V \cdot K}, \qquad (5)$$

где V — объем пробы, взятый для анализа, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование формалина, см³;

K — коэффициент, численно равный массовой доле сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1);

0,0053942 — масса хлористого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,04%.

2.8. Определение массы пентахлорфенолята натрия в 100 см³ раствора препарата ГР48-23ПС с массовой долей 1% в пересчете на моногидрат ($C_6Cl_5ONa \cdot H_2O$) методом титрования

2.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидроокись кальция по ГОСТ 9262.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Азотно-кальциевую смесь готовят следующим образом: смешивают 9 частей гидроокиси кальция с 1 частью азотно-кислого калия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Реактив Фольгарда; готовят следующим образом: 10 г железоаммонийных квасцов, взвешенных с погрешностью не более 0,005 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты и после растворения квасцов объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Аммоний роданистый, раствор концентрации c (NH_4SCN) = = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Бумага Конго индикаторная.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

Стакан химический по ГОСТ 25336, вместимостью 400 см³.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см³.

Колба для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 25336.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147, № 3.

Печь муфельная.

Плитка электрическая.

Весы с погрешностью взвешивания не менее 0,0002 г.

2.8.2. *Проведение анализа*

Пробу раствора препарата объемом 100 см³ фильтруют в мерную колбу и доводят до метки водой. 25 см³ полученного раствора взвешивают, переносят в фарфоровый тигель, содержащий 10 г азотно-кальциевой смеси. В тигель помещают еще 20 г азотно-кальциевой смеси, которую слегка утрамбовывают. Тигель закрывают крышкой и ставят в муфельную печь, нагретую до 400—600°С. Доводят температуру печи до (1000±10)°С и поддерживают ее в течение 30 мин, после чего печь отключают и тигель оставляют в ней для остывания до комнатной температуры. Зольный остаток из тигля количественно переносят в химический стакан, помещенный в чашку с холодной водой. Тигель ополаскивают последовательно 30 см³ воды, 65 и 30 см³ азотной кислоты, сливаемыми в тот же стакан. Затем содержимое стакана слегка подогревают. Полученный раствор должен иметь кислую реакцию по бумаге Конго.

К содержимому стакана приливают 15 см³ раствора азотнокислого серебра, нагревают до кипения и кипятят в течение нескольких минут для коагуляции осадка хлористого серебра, а затем фильтруют. Осадок на фильтре 2—3 раза промывают горячей водой. Объем промывной воды должен быть таким, чтобы общий объем фильтрата не превышал 250 см³. Последние порции фильтрата проверяют роданистым аммонием на содержание ионов серебра. Отсутствие помутнения при добавлении роданистого аммония свидетельствует о полной отмывке осадка от азотнокислого серебра.

К фильтрату добавляют 3 см³ реактива Фольгарда и титруют раствором роданистого аммония до появления ярко-розового окрашивания, не исчезающего в течение 2—3 мин.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный анализ, используя вместо раствора препарата дистиллированную воду.

2.8.3. *Обработка результатов*

Массу пентахлорфенолята натрия (m_5) в граммах в 100 см³ раствора препарата с массовой долей 1% в пересчете на моногидрат вычисляют по формуле

$$m_5 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}006127 \cdot 100}{V \cdot K}, \qquad (6)$$

где V — объем пробы, взятый для анализа, см³;

V_1 — объем раствора роданистого аммония концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование в контрольном анализе, см³;

V_2 — объем раствора роданистого аммония концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

K — коэффициент, численно равный массовой доле сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1);

0,006127 — масса пентахлорфенолята натрия (моногидрата), соответствующая 1 см³ концентрации c (NH_4SCN) = = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствору роданистого аммония, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,04%.

2.9. Определение массы кальцинированной соды в пересчете на безводный карбонат натрия в 100 см³ раствора препаратов ФБС, БС-13, ГР48-23ПС, ХМФС с массовой долей 1% потенциометрическим методом

2.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Иономер универсальный марки ЭВ-74.

Электрод сравнения — хлорсеребряный.

Индикаторный электрод стеклянный.

Соляная кислота, стандартный раствор концентрации c (HCl) = = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Мешалка магнитная.

Пипетка по ГОСТ 20292, вместимостью 25 см³.

Стакан химический по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см³.

2.9.2. *Проведение анализа*

Определение проводят методом потенциометрического титрования.

Пробу раствора препарата переносят в колбу вместимостью 250 см³ и доводят дистиллированной водой до метки. Для перемешивания раствора в него опускают металлический стержень, включают магнитную мешалку. Перемешивание не прекращают в течение всего цикла титрования. При проведении титрования необходимо также следить, чтобы индикаторный электрод был полностью погружен в титруемый раствор, но не прикасался ко дну и стенкам стакана. Первоначально проводят ориентировочное титрование, прибавляя соляную кислоту концентрации c (HCl) = =0,1 моль/дм³ (0,1 н.) порциями по 1 см³. По резкому отклонению стрелки на шкале иономера обнаруживают первый скачок потенциала, отвечающий оттитровыванию кальцинированной соды.

Далее на второй пробе (25 см³) анализируемого раствора проводят точное титрование, для чего приливают соляную кислоту концентрацией c (HCl) =0,1 моль/дм³ (0,1 н.) в объеме, соответствующем конечной точке титрования (к. т. т.); определенном при ориентировочном титровании, минус 1 см³. Отсчет э. д. с. производится после достижения ее постоянного значения (изменение э. д. с. (ΔE) не должно превышать (2—3) мВ в течение 1 мин. После этого продолжают титрование соляной кислотой концентрации c (HCl) =0,1 моль/дм³ (0,1 н.) по каплям для нахождения к. т. т. при минимально возможном прибавляемом объеме титранта. После достижения скачка потенциала убеждаются в малом изменении ΔE при дальнейшем титровании по каплям. Отмечают объем титранта (V) в кубических сантиметрах, затраченный на оттитровывание кальцинированной соды.

2.9.3. *Обработка результатов*

Массу карбоната натрия (m_6) в процентах в 100 см³ раствора препарата с массовой долей 1 % вычисляют по формуле

$$m_6 = \frac{V \cdot 0{,}1 \cdot 53 \cdot 250}{25 \cdot 1000 \cdot K}, \qquad (7)$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) =0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный в анализе, см³;

K — коэффициент, численно равный массовой доле сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1);

250 — объем мерной колбы с анализируемым раствором, см³;

0,1 — нормальность раствора титранта;

53 — грамм-эквивалентная масса определяемого компонента;
25 — объем анализируемого раствора, взятого для титрования, $см^3$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,04% или 0,05% при доверительной вероятности $P=0,95$.

2.10. Определение массы диаммонийфосфата в 100 $см^3$ раствора препарата ДМФ с массовой долей 1% методом титрования

2.10.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы с погрешностью взвешивания не менее 0,0002 г.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор концентрации c (HNO_3) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765; раствор готовят следующим образом: 60 г молибденовокислого аммония растворяют в 200 г раствора аммиака с массовой долей 25%. Полученный раствор небольшими порциями вливают при сильном взбалтывании в 750 г азотной кислоты плотностью 1,2 г/$см^3$.

Бумага Конго-рот индикаторная.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, раствор с массовой долей 1%.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25%.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360; раствор готовят следующим образом: 1 г фенолфталеина растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта с массовой долей 70%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Пипетка по ГОСТ 20292, вместимостью 10 $см^3$.

Стакан химический по ГОСТ 25336, вместимостью 400 $см^3$.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 500 $см^3$.

2.10.2. *Проведение анализа*

Из растворов препарата ДМФ с массовой долей сухого вещества до 15% для анализа отбирают пробу объемом 10 $см^3$, а с массовой долей сухого вещества от 15 до 30% — 5 $см^3$. Отобранную пробу переносят в стакан вместимостью 400 $см^3$, приливают 100 $см^3$ дистиллированной воды и 1 $см^3$ раствора азотной кислоты концентрации c (HNO_3) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Раствор нагревают до 70°С и добавляют к нему 50 г молибдата аммония. После тщательного перемешивания и отстаивания в течение 3 ч осадок отфильтровывают и промывают 5—7 раз раствором азотнокислого калия с массовой долей 1%. Конец промывки контролируют с помощью бумаги Конго-рот (если бумага не меняет цвет, промывку заканчивают). Промытый осадок вме-

сте с фильтром переносят в стакан вместимостью 400 см³, приливают 30 см³ дистиллированной воды, освобожденной от углекислого газа, и разрывают фильтр стеклянной палочкой.

Добавляют в стакан 5 капель фенолфталеина и из бюретки приливают раствор гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = =0,1 моль/дм³ (0,1 н.) до появления устойчивой малиновой окраски, после чего приливают еще 3—5 см³ раствора гидроокиси натрия до полного растворения осадка. Избыток щелочи оттитровывают раствором азотной кислоты концентрации c (HNO_3) = =0,1 моль/дм³ (0,1 н.) до исчезновения малинового окрашивания.

2.10.3. *Обработка результатов*

Массу диаммонийфосфата (m_7) в граммах в 100 см³ раствора препарата с массовой долей 1% вычисляют по формуле

$$m_7 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}00055024 \cdot 100}{V_2 \cdot K}, \qquad (8)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный в анализе, см³;

V_1 — объем раствора азотной кислоты концентрации c (HNO_3) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, см³;

V_2 — объем пробы, взятый для анализа, см³;

K — коэффициент, численно равный массовой доле сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1).

0,00055024 — масса диаммонийфосфата, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = =0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать: при массовой доле компонента в растворе от 3 до 10% — 0,2%; при массовой доле от 11 до 50% — 0,4%.

2.11. Определение массы карбамида в 100 см³ раствора препарата ДМФ с массовой долей 1% методом титрования

2.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы с погрешностью взвешивания не менее 0,0002 г.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная, раствор концентрации c ($^1/_2 H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Метиловый красный (индикатор), раствор с массовой долей 0,2% в этиловом спирте с массовой долей 60%.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³ (1 н.) и 5 моль/дм³ (5 н.).

Формалин технический по ГОСТ 1625, разбавленный в соотношении 1 : 1.

Раствор готовят следующим образом: формалин предварительно нейтрализуют раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), полноту нейтрализации контролируют с помощью фенолфталеина до появления неисчезающей в течение 20 с розовой окраски.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360.

Тимолфталеин (индикатор).

Смешанный индикатор готовят следующим образом: 0,5 г фенолфталеина и 0,5 г тимолфталеина растворяют в 100 г этилового спирта с массовой долей 96 %.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 50 и 250 см³.

Пипетки по ГОСТ 20292, вместимостью 5 и 25 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 100 и 1000 см³.

2.11.2. *Проведение анализа*

Из растворов препарата ДМФ с массовой долей сухого вещества до 15 % для анализа отбирают пробу объемом 25 см³, а с массовой долей сухого вещества от 16 до 30 % — 10 см³ количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 5 см³ концентрированной серной кислоты и нагревают до полного удаления углекислого газа. Содержание колбы охлаждают до комнатной температуры, смывают капли со стенок 50 см³ дистиллированной воды, добавляют 3—5 капель метилового красного и нейтрализуют избыток кислоты раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 5 моль/дм³ (5 н.) до перехода окраски от розовой к желтой. После этого осторожно (по каплям) приливают раствор серной кислоты концентрации c ($^1/_2 H_2SO_4$) = = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) до исчезновения желтой и появления слегка розовой окраски. Раствор охлаждают, приливают 25 см³ формалина, разбавленного в соотношении 1 : 1, и по истечении 2 мин — 0,25 см³ смешанного индикатора и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³ (1 н.) до появления устойчивой малиновой окраски, не исчезающей в течение 1—2 мин.

2.11.3. *Обработка результатов*

Массу карбамида (m_8) в граммах в 100 см³ раствора препарата с массовой долей 1 % вычисляют по формуле

$$m_8 = \frac{V_1 \cdot 0{,}030028 \cdot 100}{V \cdot K}, \qquad (9)$$

где V — объем пробы, взятой для анализа, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³ (1 н.), израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент, численно равный массовой доле сухого вещества в анализируемом растворе (определяют в зависимости от плотности раствора по приложению 1);

0,030028 — масса карбамида, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия, концентрации c (NaOH) = = 1 моль/дм^3 (1 н.), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,04 %.

2.12. Определение показателя концентрации водородных ионов (pH) водного раствора

pH раствора измеряют на pH-метре 340 или любой другой марки, предварительно проверенном и откалиброванном по образцовым буферным растворам, приготовленным в соответствии с ГОСТ 8.134 и ГОСТ 8.135.

3. ХРАНЕНИЕ

3.1. Растворы препаратов защитных средств хранят в отапливаемых помещениях в закрытых резервуарах, на которые наносят наименование препарата.

3.2. Срок годности растворов препаратов ХМББ, ХМФ-БФ, ФБС, БС-13, ГР48-23 ПС, ДМФ, ХМХА — 6 мес, препарата ХМФС — 12 мес.

Зависимость плотности раствора от

Массовая доля сухого вещества в растворе, %	Плотность растворов,									
	ХМФ-БФ	ХМФС с бифторидом-фторидом аммония	ХМФС с фторидом аммония	ХМББ-3324	ХМББ-3239	ХМББ-1212	ХМББ-1128	ХМХА-112	ХМХА-116	ХМХА-1110
1	1,001	1,007	1,008	—	—	—	—	—	—	—
2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5	1,033	1,035	1,033	1,025	1,020	1,033	1,019	1,024	—	—
6	—	—	—	1,032	1,026	1,037	1,024	—	—	—
7	1,040	1,048	1,045	1,036	1,035	1,043	1,029	1,033	—	—
8	—	—	—	1,040	1,037	1,048	—	—	—	—
9	—	—	—	1,043	—	1,055	—	1,042	—	—
10	1,055	1,070	1,066	1,049	—	1,060	—	1,047	1,038	—
11	—	—	—	1,054	—	1,064	—	1,051	1,041	—
12	1,067	1,084	1,078	—	—	—	—	—	—	—
13	—	—	—	—	—	—	—	1,061	1,048	—
15	1,082	1,104	1,097	—	—	—	—	1,069	1,057	1,050
17	1,100	1,117	1,110	—	—	—	—	—	1,064	1,057
18	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
20	1,108	1,136	1,127	—	—	—	—	—	1,075	1,067
25	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1,083
30	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1,099

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

массовой доли сухого вещества

Таблица 6

г/см³, для препаратов марок										
ФБС-211	ФБС-255	ФБС-2515	БС-13	ББ-11	ББ-32	ББ-32П	ДМФ-112	ДМФ-552	ДМФ-551	ГР48-23ПС
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1,016	—	—	—	—	—	—	—	—	—	1,014
—	—	—	—	—	—	—	1,018	—	—	1,021
1,032	—	—	—	—	—	—	1,025	—	—	1,027
1,040	1,034	—	1,040	1,017	1,018	1,018	1,030	1,025	—	—
1,047	1,041	—	1,047	—	—	—	1,035	1,029	—	—
1,055	1,047	—	1,055	1,025	1,025	1,025	1,042	1,034	—	—
—	1,053	—	1,062	—	—	—	1,048	1,037	—	—
—	—	—	—	1,036	1,035	1,035	—	—	—	—
—	1,066	1,080	1,077	—	—	—	—	1,047	1,045	—
—	—	—	—	1,042	1,043	1,043	—	—	—	—
—	1,079	1,091	1,092	—	—	—	—	—	—	—
—	1,085	1,096	1,100	1,048	1,050	1,050	—	—	—	—
—	1,098	1,108	1,115	1,059	1,059	1,059	—	1,069	1,068	—
—	—	1,119	1,130	1,063	1,063	1,063	—	—	—	—
—	—	—	1,137	—	—	—	—	—	—	—
—	—	—	1,152	1,076	1,076	1,76	—	1,090	1,086	—
—	—	—	—	—	—	—	—	—	1,103	—
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

Таблица 7

Классы опасности препаратов и их рабочих растворов

Препарат	Марка препарата	Класс опасности препарата	Концентрация рабочего раствора, %	Класс опасности раствора
ХМФ-БФ	—	II	5	IV
			20	III
ХМФС	С бифторидом-фторидомаммония	II	5	IV
			20	III
	С фторидом аммония	II	5	IV
			20	III
ХМХА	ХМХА-112	II	5	IV
			15	IV
	ХМХА-116	II	10	IV
			20	IV
	ХМХА-1110	III	15	IV
			30	III
ХМББ	ХМББ-3324	III	5	IV
			11	IV
	ХМББ-1212	III	5	IV
			11	IV
	ХМББ-3239	II	5	IV
			8	IV
	ХМББ-1128	II	5	IV
			7	IV
ФБС	ФБС-211	III	2	IV
			7	IV
	ФБС-255	III	5	IV
			15	IV

Продолжение табл. 7

Препарат	Марка препарата	Класс опасности препарата	Концентрация рабочего раствора, %	Класс опасности раствора
ФБС	ФБС-2515	III	10	IV
			17	IV
БС-13	—	III	5	IV
			20	IV
ББ	ББ-11	III	5	IV
			20	IV
	ББ-32	III	5	IV
			20	IV
	ББ 32П	III	5	IV
			20	IV
ДМФ	ДМФ-112	II	3	IV
			8	IV
	ДМФ-552	III	5	IV
			20	IV
	ДМФ-551	III	10	IV
			25	IV
ГР48-23ПС	—	II	2	IV
			4	IV

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

МЕТОДИКА И ПРИМЕР РАСЧЕТА КЛАССА ОПАСНОСТИ ПРЕПАРАТОВ И ИХ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

Класс опасности препаратов определяют в соответствии с п. 2.3 «Временного классификатора токсичных промышленных отходов и методических рекомендаций по определению класса токсичности промышленных отходов», разработанного Министерством здравоохранения СССР и Государственным комитетом по науке и технике СССР, Москва, 1987 г.

В основу определения класса опасности препаратов и их водных растворов положен расчетный метод, включающий:

а) вероятностный принцип при оценке возможного влияния токсичных веществ на окружающую среду;

б) использование гигиенических регламентов и параметров токсикометрии как наиболее значимых при оценке возможного влияния токсичных веществ;

в) оценку класса опасности смесей сложного состава по химическим соединениям, определяющим уровень токсичности смесей;

г) оптимальное сочетание сравнительно доступных гигиенических, токсикологических и физико-химических параметров, позволяющих оценить вероятное вредное воздействие токсичных веществ на окружающую среду;

д) принцип взаимозаменяемости некоторых параметров.

При определении класса опасности препаратов для биоогнезащиты древесины учитывают, что препараты представляют собой механические смеси исходных компонентов, невступающих в какие-либо реакции друг с другом.

В соответствии с рекомендациями Временного классификатора степень токсичности химических веществ и их смесей определяют по величине индекса токсичности K для каждого компонента смеси, который рассчитывают на основе одного из токсикологических параметров, характеризующих вещество.

Индекс токсичности отдельных компонентов (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{\lg ЛД_{50}}{(S + 0{,}1F + C_в)_i}, \qquad (10)$$

где $ЛД_{50}$ — летальная доза химического вещества, вызывающая при введении в организм гибель 50% животных, мг/кг;

S — коэффициент, отражающий растворимость компонентов в воде; c определяют делением на 100 значения растворимости вещества (в г) в 100 г воды при 25°С. Значение коэффициента S находится в интервале от 0 до 1;

F - коэффициент летучести компонента. (В данном случае коэффициент F равен 0, поскольку сухие компоненты препаратов нелетучи);

$C_в$ — содержание данного компонента в общей массе препарата, кг/кг или т/т.

Так как значения $ЛД_{50}$ известны не для всех компонентов, входящих в соотав стандартизованных препаратов, использовали эквивалент $ЛД_{50}$ (условные величины $ЛД_{50}$), определяемый по показателю класса опасности в воздухе рабочей зоны (табл. 8). Содержание каждого компонента в смеси $Q_{вi}$ в кило-

граммах на килограмм или тоннах на тонну вычисляют исходя из состава препарата по формуле

$$C_{в.i}=\frac{C_i}{\sum\limits_{1}^{N} C_i}, \qquad (11)$$

где C_i — содержание компонента в препарате, в частях массы;

N — число компонентов в препарате;

$\sum\limits_{1}^{N} C_i$ — сумма частей массы.

Таблица 8

Классы опасности в воздухе рабочей зоны и соответствующие им условные величины

Класс опасности в воздухе рабочей зоны	Эквивалент $ЛД_{50}$, мг/кг
I	15
II	150
III	5000
IV	более 5000

Рассчитав индексы токсичности (K_i) для всех компонентов препарата, выбирают 1—3 ведущих компонента, имеющих минимальное значение K_i. При $K_1<K_2<K_3$.

Для определения токсичности препарата рассчитывают суммарный индекс токсичности смеси (K_Σ) вычисляют по формуле

$$K_\Sigma=\frac{1}{n^2}\sum_{1}^{n}\cdot K_i, \qquad (12)$$

где K_i — индекс токсичности i-го компонента;

n — число ведущих компонентов смеси, имеющих минимальное значение K_i ($n\leqslant 3$).

При условии, когда $2K_1\geqslant K_3$, для расчета суммарного индекса токсичности K_Σ достаточной использовать индексы токсичности двух компонентов с минимальным значением K_i. В этом случае расчет проводится по формуле

$$K_\Sigma=\frac{1}{2^2}(K_1+K_2)=\frac{1}{4}(K_1+K_2). \qquad (13)$$

При условии, когда $2K_1<K_2$, при больших различиях в токсичности компонентов суммарный индекс токсичности вычисляют по формулам:

$$K_\Sigma=\frac{1}{4}(K_1+K_3) \qquad (14)$$

или

$$K_\Sigma=\frac{1}{4}(K_2+K_3). \qquad (15)$$

В этом случае выбор компонента с меньшим значением индекса токсичности (K_1 или K_2) определяется долей его в смеси, причем предпочтение отдается компоненту, массовая доля которого в смеси больше.

Класс опасности химических веществ и их смесей, соответствующий суммарному индексу токсичности (K_Σ), с учетом $ЛД_{50}$ определяют по табл. 9.

Таблица 9

Классификация опасности химических веществ и их смесей по $ЛД_{50}$

Величина K_Σ, полученная на основе $ЛД_{50}$	Класс опасности	Степень опасности
Менее 1,3	I	Чрезвычайно опасные
От 1,3 до 3,3	II	Высокоопасные
» 3,4 » 10	III	Умеренно опасные
Более 10	IV	Малоопасные

При определении класса опасности растворов исходят из того, что степень опасности растворов меньше, чем сухих препаратов, и уменьшается по мере разбавления растворов. Следовательно, значения $ЛД_{50,\,i}$ для растворов и индекс токсичности возрастают соответственно снижению содержания компонентов в растворе по сравнению с долей компонента в сухом препарате.

Индекс токсичности растворов определяют так же, как для сухих смесей,— по формулам (12—15). Индекс токсичности каждого компонента препарата в растворе ($K_{i,р}$) вычисляют по формуле

$$K_{i,\,р}=K_i\cdot\frac{c_i}{c_{i,\,р}}, \qquad (16)$$

где c_i — концентрация i-го компонента в сухой смеси, %;

$c_{i,р}$ — концентрация i-го компонента в растворе, %.

Пример. Рассчитать класс опасности препарата ХМФ-БФ и его растворов с массовой долей 5 и 20%.

Исходные данные для определения класса опасности препарата ХМФ-БФ приведены в табл. 10.

Таблица 10

Компонент препарата	Состав препарата в частях массы	Масса вещества, растворенного в 100 г воды при 25°С, г	Класс опасности в воздухе рабочей зоны	Эквивалент $ЛД_{50}$ по табл. 8, мг/кг
Бихромат калия (или бихромат натрия)	3,8	15,5	I	15
Медный купорос	2,0	20,9	II	150
Фторид натрия	1,0	4,2	II	150
Бифторид-фторид аммония	2,0	82,7	II	150

Индекс токсичности каждого компонента сухого препарата (K_i) вычисляют по формуле (10).

$$K_{K_2Cr_2O_7}=\frac{\lg 15}{0,155+0,432}=\frac{1,17609}{0,587}=2,0;$$

$$K_{CuSO_4\cdot 5H_2O}=\frac{\lg 150}{0,209+0,227}=\frac{2,44716}{0,436}=5,6;$$

$$K_{NaF}=\frac{\lg 150}{0,042+0,114}=\frac{2,44716}{0,156}=15,7;$$

$$K_{NH_4F\cdot HF+NH_4F}=\frac{\lg 150}{0,827+0,227}=\frac{2,44716}{1,054}=2,3;$$

$K_1=2,0$; $K_2=2,3$; $K_3=5,6$; $2K_1=4,0$; $2K_1<K_3$.

Суммарный индекс токсичности сухого препарата (K_Σ) вычисляют по формуле (14)

$$K_\Sigma=\frac{1}{n^2}(K_1+K_3);$$

$$K_\Sigma=\frac{2,0+5,6}{4}=\frac{7,6}{4}=1,9.$$

Сухой препарат ХМФ-БФ, в соответствии с данными табл. 9 имеет II класс опасности.

При пропитке древесины используют водные растворы препарата с массовой долей 5—20%. В растворе с массовой долей 5% — 20-кратное снижение концентрации компонентов препарата; в растворе с массовой долей 20% — 5-кратное.

Индексы токсичности компонентов препарата ХМФ-БФ в растворах с массовой долей 5 и 20% (соответственно K_i' и K_i'') вычисляют по формуле (16). Для раствора с массовой долей 5% $C_i/C_{i,p}=20$; для раствора с массовой долей 20% $C_i/C_{i,p}=5$.

$$K'_{K_2Cr_2O_7}=2,0\cdot 20=40,0;$$

$$K'_{CuSO_4}=5,6\cdot 20=112,0;$$

$$K'_{NaF}=15,7\cdot 20=314,0;$$

$$K'_{NH_4F\cdot HF+NH_4F}=2,3\cdot 20=46,0;$$

$K_1'=40,0$; $K_2'=46,0$; $K_3'=112,0$; $2K_1'=80,0$; $2K_1'<K_3'$.

$$K''_{K_2Cr_2O_7}=2,0\cdot 5=10,0;$$

$$K''_{CuSO_4}=5,6\cdot 5=28,0;$$

$$K''_{NaF}=15,7\cdot 5=78,5;$$

$$K''_{NH_4F\cdot HF+NH_4F}=2,3\cdot 5=11,5;$$

$K_1''=10,0$; $K_2''=11,5$; $K_3''=28,0$; $2K_1''=20,0$; $2K_1''<K_3''$.

Суммарный индекс токсичности растворов препарата ХМФ-БФ с массовой долей 5 и 20% (соответственно K'_{Σ} и K''_{Σ}) вычисляют по формуле (14).

$$K_{\Sigma}=\frac{1}{n^2}(K_1+K_3);$$

$$K'_{\Sigma}=\frac{40{,}0+112{,}0}{4}=\frac{152{,}0}{4}=38{,}0;$$

$$K''_{\Sigma}=\frac{10{,}0+28{,}0}{4}=\frac{38{,}0}{4}=9{,}5.$$

В соответствии с данными табл. 9 раствор препарата ХМФ-БФ с массовой долей 5% имеет IV класс опасности, раствор с массовой долей 20% — III класс опасности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. В. Рымина, канд. техн. наук; **Н. А. Максименко**, канд. техн. наук; **Л. Н. Рожновская**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.12.90 № 3324

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 23787.2—84; ГОСТ 23787.3—84; ГОСТ 23787.6—79; ГОСТ 23787.10—81; ГОСТ 23787.11—81; ТУ 13—0273643—9—88; ТУ 13—0273643—12—89; ТУ 13—0273643—13—89

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.134—74	2.12
ГОСТ 8.135—74	2.12
ГОСТ 12.1.005—88	1.2.7
ГОСТ 12.3.034—84	1.2.5
ГОСТ 61—75	2.5.1
ГОСТ 1277—75	2.8.1
ГОСТ 1625—89	2.7.1; 2.11.1
ГОСТ 1770—74	2.3.1; 2.4.1; 2.5.1; 2.6.1; 2.8.1; 2.11.1
ГОСТ 2080—76	2.5.1
ГОСТ 2081—75	1.2.2
ГОСТ 2210—73	1.2.2
ГОСТ 2651—78	1.2.2; 2.3.1
ГОСТ 2652—78	1.2.2; 2.3.1
ГОСТ 3118—77	2.6.1
ГОСТ 3760—79	2.4.1; 2.10.1
ГОСТ 3765—78	2.10.1
ГОСТ 4108—72	2.6.1
ГОСТ 4165—78	2.4.1
ГОСТ 4204—77	2.3.1; 2.11.1
ГОСТ 4217—77	2.8.1; 2.10.1
ГОСТ 4233—77	2.5.1
ГОСТ 4328—77	2.5.1; 2.6.1; 2.7.1; 2.10.1; 2.11.1
ГОСТ 4461—77	2.8.1; 2.10.1
ГОСТ 4463—76	2.5.1
ГОСТ 4518—75	1.2.2
ГОСТ 5100—85	1.2.2
ГОСТ 6709—72	2.3.1; 2.5.1; 2.6.1; 2.8.1; 2.10.1; 2.11.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8429—77	1.2.2
ГОСТ 8515—75	1.2.2
ГОСТ 9147—80	2.8.1
ГОСТ 9262—77	2.8.1
ГОСТ 16363—76	Вводная часть; 1.2.1
ГОСТ 18300—87	2.6.1; 2.7.1; 2.10.1; 2.11.1
ГОСТ 18704—78	1.2.2
ГОСТ 18995.1—73	1.2.3
ГОСТ 19347—84	1.2.2
ГОСТ 19908—90	2.5.1
ГОСТ 20022.2—80	Вводная часть; 1.2.1
ГОСТ 20292—74	2.5.1; 2.7.1; 2.9.1; 2.10.1; 2.11.1
ГОСТ 22280—76	2.5.1
ГОСТ 25336—82	2.6.1; 2.7.1; 2.8.1; 2.9.1; 2.10.1; 2.11.1
ТУ 6—04—6—80	1.2.2
ТУ 6—09—5360—87	2.6.1; 2.7.1; 2.10.1; 2.11.1
ТУ 113—08—544—83	1.2.2
ТУ 113—08—586—86	1.2.2
ТУ 113—08—587—86	1.2.2

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *В. И. Кануркина*

Сдано в наб. 06.02.91 Подп. к печ. 21.03.91 2,75 усл. п. л. 2.75 усл. кр.-отт. 2,40 уч.-изд. л. Тираж 8000 экз. Цена 95 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 124

gost.e-ecolog.ru