МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НАТРИЙ ДВУУГЛЕКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.321.8 : 006.354 Группа Л14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НАТРИЙ ДВУУГЛЕКИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ 2156—76

Sodium bicarbonate.
Specifications

ОКП 21 4415 0100

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на двууглекислый натрий (бикарбонат), предназначенный для химической, пищевой, легкой, медицинской, фармацевтической промышленности, цветной металлургии и розничной торговли. Настоящий стандарт устанавливает требования к двууглекислому натрию, изготовляемому для нужд народного хозяйства и экспорта.

Формула: $NaHCO_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 84,00.

Требования настоящего стандарта являются обязательными, кроме пп. 8,9, 10 таблицы.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По физико-химическим показателям двууглекислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Первый сорт ОКП 21 4415 0130 03	Второй сорт ОКП 21 4415 0140 01
1. Внешний вид	Кристаллический порошок белого цвета, без запаха	
2. Массовая доля двууглекислого натрия, %, не менее	99,5	99,0
3. Массовая доля углекислого натрия, %, не более	0,4	0,7
4. Массовая доля хлоридов в пересчете на NaCl, %, не более	0,02	0,04
5. Массовая доля мышьяка (As)	Выдерживает испытание по п. 3.7	
6. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	Выдерживает испытание по п. 3.8	
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,005
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,04	0,05
9. Массовая доля сульфатов в пересчете на SO^{-2}_4, %, не более	0,02	0,02
10. Массовая доля влаги, %, не более	0,1	0,2

Примечания:

1. Нормы по показателям 2, 3, 4 и 7 таблицы даны в пересчете на сухое вещество.

2. В продукте, предназначенном для фармацевтической промышленности, массовая доля кальция не должна быть более 0,02 % и солей аммония в пересчете на NH_4^+ не более 0,001 %; в продукте, предназначенном для фармацевтической и пищевой промышленности, массовая доля тяжелых металлов в пересчете на Pb^{2+} не должна быть более 0,0005 %.

3. По согласованию с потребителем допускается выпускать продукт 2-го сорта с массовой долей хлоридов в пересчете на NaCl не более 0,7 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 2001

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Двууглекислый натрий не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен.

2а.2. Двууглекислый натрий представляет собой мелкокристаллический порошок, который при попадании на слизистые оболочки вызывает раздражение. При постоянной работе в атмосфере, загрязненной пылью двууглекислого натрия, может возникнуть раздражение дыхательных путей.

Предельно допустимая концентрация двууглекислого натрия в воздухе рабочей зоны составляет 5 мг/м^3, класс опасности 3 в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2а.3. Работы с двууглекислым натрием обслуживающий персонал должен выполнять в специальной одежде, специальной обуви и предохранительных приспособлениях, предусмотренных типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

2а.4. Производственные помещения и лаборатории, в которых проводится работа с двууглекислым натрием, должны быть оборудованы приточно-вытяжной механической вентиляцией.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Двууглекислый натрий принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим качественным показателям, сопровождаемый одним документом о качестве массой не более 150 т.

Документ о качестве должен содержать следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Для проверки качества двууглекислого натрия на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта отбирают 3 % мешков, но не менее трех мешков при партии, состоящей менее чем из 30 мешков.

Для проверки качества двууглекислого натрия, упакованного в потребительскую тару, отбирают 3 % ящиков, блоков или мешков, но не менее трех. Из каждого отобранного ящика, блока или мешка отбирают по одному пакету или по одной пачке.

Для проверки качества продукта, находящегося в движении, отбирают пробы с транспортной ленты механизированным или ручным способом в течение всего времени упаковывания пересечением потока продукта не менее шести раз в смену или при работе фасовочного автомата каждый час отбирают 4 пакета (пачки).

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ проб, отобранных от удвоенной массы единиц продукции той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

Результаты анализа двууглекислого натрия, находящегося в движении, являются окончательными и распространяются на всю партию.

2.4. Показатели 8, 9 и 10 таблицы изготовитель определяет периодически по требованию потребителя.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы из мешков отбирают щупом, погружая его на $^3/_4$ глубины. Точечные пробы из специализированных мягких контейнеров отбирают до герметизации щелевидным пробоотборником по ГОСТ 21560.0 или другого типа. Масса точечной пробы не должна быть менее 0,2 кг.

Масса точечной пробы, отобранной механизированным или автоматизированным пробоотборником, не должна быть менее 25 г, отобранной вручную совком — не менее 50 г.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают, сокращают методом квартования до средней пробы массой не менее 0,25 кг, помещают в сухую стеклянную банку или полиэтиленовый мешочек, которые плотно закрывают или завязывают.

На банку или полиэтиленовый мешочек наклеивают или прикрепляют этикетку с наименованием продукта, номером партии и датой отбора пробы.

Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации х. ч. или ч. д. а. При проведении анализов допускается применять другие типы посуды, другие реактивы, средства измерения и оборудование (включая импортные), не уступающие по качеству и классу точности приведенным в стандарте.

Допускается применение других методов анализа, обеспечивающих установленные настоящим стандартом допускаемые расхождения между результатами параллельных определений.

При разногласиях в оценке показателя качества анализ проводят методами, приведенными в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.3. Внешний вид продукта определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли двууглекислого натрия

3.4.1а. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2-210 по ГОСТ 7328.

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 800—900 °С.

Тигли низкие 3 или 4 по ГОСТ 9147 или тигли из стеклоуглерода.

Эксикатор любого типа по ГОСТ 25336.

Силикагель технический по ГОСТ 3956, высушенный при температуре 150—180°С, или кальций хлористый, прокаленный при температуре 250—300 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.1. В предварительно прокаленном и взвешенном тигле взвешивают от 2,0 до 2,5 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), тигель с навеской прокаливают при 280—300 °С и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Прокаливание проводят до достижения постоянной массы (разница между результатами предыдущего и последующего взвешиваний не должна превышать 0,0005 г).

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.2. *Обработка результатов*

Массовую долю двууглекислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(X_1 - X_7) \cdot 2{,}71 \cdot 100}{100 - X_7},$$

где X_7 — массовая доля влаги, определенная по п. 3.12, %;

2,71 — коэффициент пересчета ($H_2O + CO_2$) на $NaHCO_3$;

X_1 — потеря массы при прокаливании двууглекислого натрия, %, вычисленная по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса тигля с навеской до прокаливания, г;

m_2 — масса тигля с навеской после прокаливания, г;

m — масса навески двууглекислого натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,25 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.5. Определение массовой доли углекислого натрия

3.5.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3.

Метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2-210 по ГОСТ 7328.

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

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—250—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.5.2. *Проведение анализа*

Взвешивают от 2,0 до 2,5 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу, растворяют в 100 $см^3$ воды и титруют раствором серной или соляной кислоты в присутствии раствора метилового оранжевого до изменения цвета раствора из желтого в розовато-оранжевый.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю углекислого натрия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = (X_3 - X) \cdot 0{,}631,$$

где X — массовая доля двууглекислого натрия, определенная по п. 3.4, %;

0,631 — коэффициент пересчета двууглекислого натрия на углекислый натрий;

X_3 — общая щелочность в пересчете на двууглекислый натрий в процентах, вычисленная по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0{,}084 \cdot 100 \cdot 100}{m(100 - X_7)},$$

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

m — масса навески двууглекислого натрия, г;

0,084 — масса двууглекислого натрия, соответствующая 1 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации точно c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ или 1 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 1 моль/$дм^3$, г;

X_7 — массовая доля влаги, определенная по п. 3.12 %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15 % при доверительной вероятности P = 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.6. Определение массовой доли хлоридов в пересчете на NaCl

3.6.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 2 моль/$дм^3$.

Бромфеноловый синий водорастворимый (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,05 %.

Дифенилкарбазон (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,5 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520, раствор концентрации c ($^1/_2$ $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$)= = 0,1 моль/$дм^3$, готовят следующим образом: 17,13 г ртути (II) азотнокислой 1-водной растворяют в 500 $см^3$ воды, добавляют 4 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,3 г/$см^3$, доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$, перемешивают и фильтруют; поправочный коэффициент раствора устанавливают по хлористому натрию в присутствии бромфенолового синего и дифенилкарбазона.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Бюретки вместимостью 5 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$.

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—250—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

3.6.2. *Проведение анализа*

Взвешивают от 19 до 21 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в коническую колбу, прибавляют 50 $см^3$ воды, 10 капель бромфенолового синего и азотную кислоту до перехода окраски раствора в желтый цвет (приблизительно 20,5 $см^3$). Избыток кислоты нейтрализуют раствором гидроокиси натрия, прибавляя его по каплям до изменения окраски раствора в синий цвет, прибавляют раствор азотной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до перехода окраски раствора в желтый цвет, 20 капель дифенилкарбазона и титруют из бюретки раствором 1-водной азотнокислой ртути (II) до появления фиолетовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов в пересчете на NaCl (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}005844 \cdot 100 \cdot 100}{m(100 - X_7)},$$

где V — объем раствора азотнокислой ртути концентрации 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование, $см^3$;

K — поправочный коэффициент (титр) раствора азотнокислой ртути концентрации точно c ($^1/_2$ $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$;

0,005844 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 $см^3$ раствора азотнокислой ртути концентрации точно c ($^1/_2$ $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$, г;

m — масса навески двууглекислого натрия, г;

X_7 — массовая доля влаги, определенная по п. 3.12, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускается определять массовую долю хлоридов в соответствии с приложением 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.7. Определение массовой доли мышьяка

3.7.1. *Растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770.

3.7.2. *Проведение анализа*

Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 10485 арсиновым методом (способ 2), при этом взвешивают (1,00 ± 0,01) г двууглекислого натрия, растворяют в 25 $см^3$ воды и нейтрализуют раствор соляной кислотой. Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 1,5 ч бромнортутная бумажка не изменит своей окраски.

3.7.1, 3.7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.8. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.8.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Глина белая по Государственной фармакопее СССР, просеянная через шелковое сито № 46.

Сито шелковое № 46 по ГОСТ 4403.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М или ФЭК-56 или подобного типа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Образцы прозрачности готовят следующим образом: (0,0050 ± 0,0005) г белой глины (для образца 1) и (0,0100 ± 0,0005) г белой глины (для образца 2) взвешивают, помещают в стаканы вместимостью 100 $см^3$, тщательно перемешивают с небольшой массой воды и количественно переносят в мерные колбы вместимостью соответственно 1000 $см^3$ (образец 1) и 500 $см^3$ (образец 2). Содержимое колб сильно встряхивают в течение 5 мин, доводят объем водой до метки и снова

перемешивают. Перед каждым применением взвесь тщательно взбалтывают. Образцы пригодны в течение 5—6 ч.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири Г-2-210 и Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Стаканы В-1-100 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1—500 (1000) — 2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.8.2. *Проведение анализа*

(2,50 ± 0,01) г двууглекислого натрия растворяют в 50 $см^3$ воды; полученный раствор тщательно перемешивают и измеряют прозрачность полученного раствора на фотоэлектроколориметре.

В качестве источника света применяется лампа накаливания 8В, 35 Вт (СЦ-98).

Измерения начинают через 20—30 мин после включения питающего устройства и лампы СЦ-98, затем устанавливают «электрический нуль» прибора; кювету толщиной пропускающего свет слоя 50 $см^3$ заполняют дистиллированной водой и ставят в левый световой пучок. В правый световой пучок помещают такую же кювету с образцом прозрачности 1. Оба измерительных барабана устанавливают на «0» делений по красной шкале, включают в ход лучей светофильтр 6 (длина волны 540 нм) и вращением левого измерительного барабана устанавливают «нуль» микроамперметра или смыкание сектора индикаторной лампы. Измеряют оптическую плотность на красной шкале левого барабана, соответствующую образцу прозрачности 1; таким же образом измеряют оптическую плотность, соответствующую образцу прозрачности 2.

Затем на место кюветы с образцом прозрачного в правый световой пучок помещают кювету с анализируемым раствором и измеряют его оптическую плотность.

Продукт считают соответствующим стандарту, если оптическая плотность анализируемого раствора двууглекислого натрия не превышает для 1-го сорта — оптической плотности образца 1,

для 2-го сорта — оптической плотности образца 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.8.3, 3.8.4. **(Исключены, Изм. № 2).**

3.9. Определение массовой доли железа

3.9.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

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

2,2′-дипиридил или 1,10-фенантролин, раствор готовят следующим образом: 2,5 г 2,2′-дипиридила или 1,10-фенантролина растворяют в 25 $см^3$ этилового спирта и разбавляют водой до 500 $см^3$.

Кислота аскорбиновая, водный раствор с массовой долей 5 % (раствор следует оберегать от воздействия света, воздуха и тепла, пригоден в течение двух недель).

Раствор А, содержащий 1 мг Fe^{3+} в 1 $см^3$, готовят по ГОСТ 4212.

Раствор Б, содержащий 0,01 мг Fe^{3+} в 1 $см^3$, готовят точным разбавлением водой 10 $см^3$ раствора А до 1 $дм^3$; годен свежеприготовленным.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %.

Бумага индикаторная универсальная.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М (или других типов).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бюретка вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$.

Стакан Н-1-100 ТС; Н-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Колбы мерные 1—100 (250, 500, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—5 (25, 50, 100) по ГОСТ 1770;

Пипетки вместимостью 10 (25, 50) $см^3$.

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.9.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы. Для этого бюреткой в стаканы вместимостью 100 $см^3$ отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 $см^3$ раствора Б, что

соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 и 0,060 мг Fe^{3+}. В каждый стакан добавляют по 20 $см^3$ воды, по 2 $см^3$ 25 %-ного раствора соляной кислоты, по 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, по 5 $см^3$ раствора 2,2′-дипиридила (или 1,10-фенантролина) и по 35—40 $см^3$ воды. pH 3,5 полученных растворов устанавливают добавлением водного раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Затем растворы количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, объем их доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий железа, 2 $см^3$ раствора соляной кислоты и 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, доводят водой до метки в мерной колбе вместимостью 10 $см^3$ и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность образцовых растворов по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр (при длине волны 500—540 нм) в кюветах толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию железа (Fe^{3+}) в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующую оптическую плотность.

3.9.3. *Проведение анализа*

Взвешивают от 9 до 11 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ воды и соляную кислоту до полного растворения навески, кипятят 3—5 мин для удаления двуокиси углерода. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят водой до метки, перемешивают.

10—50 $см^3$ полученного раствора переносят пипеткой в стакан вместимостью 100 $см^3$, прибавляют воду до 50 $см^3$, 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 5 $см^3$ раствора 2,2′-дипиридила (или 1,10-фенантролина). pH 3,5 раствора устанавливают добавлением водного раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения: 10—50 $см^3$ анализируемого раствора пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, доводят до метки водой, перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как указано в п. 3.9.2.

Массовую долю железа в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.9.4. *Обработка результатов*

Массовую долю железа (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{a \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m \cdot V \cdot (100 - X_7)},$$

где a — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески двууглекислого натрия, г

V — объем анализируемого раствора, взятый для фотоколориметрирования, $см^3$;

X_7 — массовая доля влаги, определенная по п. 3.12, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускается определять массовую долю железа сульфосалициловым методом по ГОСТ 10555.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят по методу, изложенному в п. 3.9.

Допускается определять массовую долю железа в соответствии с приложением 2 со следующими дополнениями;

в случае нерастворения реактива 1,10-фенантролина (п. 4.6, приложение 2) навеску следует обработать 25 $см^3$ этилового спирта с последующим растворением в воде;

в случае использования соляной кислоты (п. 6.4.1, приложение 2) с массовой долей HCl менее 38 % следует брать для растворения навески 90 $см^3$ воды вместо 120 $см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.10. Определение массовой доли кальция

3.10.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Кислота уксусная по ГОСТ 61, 5 %-ный раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 5 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 10 %-ный раствор.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, 5 %-ный раствор.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 25 %-ный раствор.

Раствор А, содержащий 1 мг Ca^{2+} в 1 $см^3$, готовят по ГОСТ 4212;

Раствор Б, содержащий 0,1 мг Ca^{2+} в 1 $см^3$, готовят точным разбавлением водой 10 $см^3$ раствора А до 100 $см^3$; годен свежеприготовленным.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336;

Колба мерная 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1 (10) $см^3$.

Бюретка вместимостью 2 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.10.2. *Проведение анализа*

(6,00 ± 0,01) г двууглекислого натрия доводят до 100 $см^3$ водой и перемешивают. К 10 $см^3$ полученного раствора, нейтрализованного раствором уксусной кислоты до нейтральной реакции, прибавляют 1 $см^3$ раствора хлористого аммония, 1 $см^3$ раствора аммиака, 1 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония и перемешивают.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если мутность анализируемого раствора через 10 мин не будет интенсивнее мутности раствора, содержащего в том же объеме 1,2 $см^3$ раствора Б для продукта, поставляемого фармацевтической промышленности, или 2,4 $см^3$ раствора Б для продукта 1-го сорта, или 3 $см^3$ раствора Б для продукта 2-го сорта, а также 1 $см^3$ раствора хлористого аммония, 1 $см^3$ раствора аммиака и 1 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.11. Определение массовой доли сульфатов в пересчете на SO_4^{2-}.

3.11.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная в отношении 1:2.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, 5 %-ный раствор.

Раствор А, содержащий 1 мг SO_4^{2-} в 1 $см^3$, готовят по ГОСТ 4212.

Раствор Б, содержащий 0,01 мг SO_4^{2-} в 1 $см^3$, готовят точным разбавлением водой 10 $см^3$ раствора А до 1 $дм^3$; годен свежеприготовленным.

Бумага лакмусовая нейтральная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Колбы мерные 1—50 (1000) по ГОСТ 1770.

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770.

Стакан 9-1—100 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 (10) $см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.11.2. *Проведение анализа*

(2,50 ± 0,01) г двууглекислого натрия растворяют в 25 $см^3$ воды, нейтрализуют соляной кислотой по лакмусовой бумаге, дают 5 капель ее избытка, кипятят 3—5 мин для удаления двуокиси углерода, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают, фильтруют.

К 10 $см^3$ полученного раствора прибавляют 0,5 $см^3$ соляной кислоты, 1 $см^3$ раствора хлористого бария и перемешивают.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если мутность анализируемого раствора через 15 мин не будет интенсивнее мутности раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым раствором и содержащего в том же объеме 10 $см^3$ раствора Б, 0,5 $см^3$ соляной кислоты и 1 $см^3$ раствора хлористого бария.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.12. Определение массовой доли влаги

3.12.1а. *Реактивы и аппаратура*

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири Г-2-210 по ГОСТ 7328.

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336;

Эксикатор любого типа по ГОСТ 25336.

3.12.1. *Проведение анализа*

Взвешивают от 3,0 до 3,2 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и сушат в эксикаторе над серной кислотой в предварительно высушенном при тех же условиях стаканчике для взвешивания. Высушивание проводят до достижения постоянной массы (разница между результатами предыдущего и последующего взвешиваний не должна превышать 0,0005 г).

3.12.2. *Обработка результатов*

Массовую долю влаги (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса стаканчика с двууглекислым натрием до сушки, г;

m_2 — масса стаканчика с двууглекислым натрием после сушки, г;

m — масса навески двууглекислого натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.12.1а—3.12.2. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.13. Определение массовой доли солей аммония в пересчете на NH_4^+.

3.13.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 30 %.

Реактив Несслера.

Раствор А, содержащий 1 мг NH_4^+ в 1 см^3, готовят по ГОСТ 4212.

Раствор Б, содержащий 0,01 мг NH_4^+ в 1 см^3, готовят точным разбавлением водой 5 см^3 раствора А до 500 см^3; годен свежеприготовленным.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—5(50) по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1 (5) см^3.

Колба мерная 1—500 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

3.13.2. *Проведение анализа*

(1,00 ± 0,01) г двууглекислого натрия растворяют в 30 см^3 воды, прибавляют 4 см^3 раствора гидроокиси натрия и 1 см^3 реактива Несслера.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым раствором и содержащим в таком же объеме 1 см^3 раствора Б, 4 см^3 раствора гидрата окиси натрия и 1 см^3 реактива Несслера.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.14. Определение массовой доли тяжелых металлов и пересчете на Pb^{2+}

3.14.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, раствор с массовой долей 20 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %.

Тиоацетамид, раствор с массовой долей 2 %, профильтрованный через плотный фильтр (годен в течение 3 сут).

Раствор А, содержащий 1 мг Pb^{2+} в 1 $см^3$, готовят по ГОСТ 4212.

Раствор Б, содержащий 0,01 мг Pb^{2+} в 1 $см^3$, готовят точным разбавлением водой 5 $см^3$ раствора А до 500 $см^3$; годен свежеприготовленным.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 (2,5) $см^3$.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770.

Колба мерная 1—500 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

3.14.2. *Проведение анализа*

(1,00 ± 0,01) г двууглекислого натрия растворяют в 20 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ раствора виннокислого калий-натрия, 2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и 1 $см^3$ раствора тиоацетамида.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно в анализируемым раствором и содержащим в таком же объеме 0,5 $см^3$ раствора Б, 1 $см^3$ раствора виннокислого калий-натрия, 2 $см^3$ раствора едкого натра и 1 $см^3$ раствора тиоацетамида.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.15. **(Исключен, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Двууглекислый натрий упаковывают в четырехслойные бумажные мешки марок НМ и ПМ или в пятислойные бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226, или в специализированные контейнеры разового использования типов МКР-1,0 М, МКР-1,0 С с полиэтиленовым вкладышем или МКО-1, ОС. Масса нетто одной упаковочной единицы должна соответствовать НТД на вид упаковки.

Двууглекислый натрий, изготовляемый для экспорта, упаковывают в соответствии с требованиями внешнеторговой организации.

Отклонение средней массы нетто продукта в мешках от номинального значения, указанного в маркировке, не должно превышать ± 1кг. Среднюю массу нетто продукта определяют путем взвешивания 20 мешков, отобранных выборочно от партии, и результат делят на 20.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. Двууглекислый натрий, предназначенный для розничной торговли и других целей, упаковывают в потребительскую тару — пачки по НТД или пакеты по ГОСТ 13502 или другой НТД, других форм и размеров по согласованию с потребителем массой от 100 до 500 г. Допускаемые отклонения от массы ± 4,0 %.

Допускается упаковывать двууглекислый натрий в мелкую потребительскую тару — пакеты массой от 5 до 100 г, изготовленные из ламинированной бумаги, фольги по ГОСТ 745, полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 или других термосвариваемых материалов, разрешенных к применению государственными санитарными органами.

Отклонения от установленной массы нетто пакетов с двууглекислым натрием не должны превышать:

± 10 % при расфасовке по 5 г;

± 7 % при расфасовке от 5 до 25 г включительно;

± 5 % при расфасовке от 25 до 100 г включительно.

Допускается среднее отклонение массы десяти подряд взятых пачек или пакетов не более ± 2%.

Пачки или пакеты с продуктом плотно укладывают в ящики из гофрированного картона для химической продукции по ГОСТ 13841.

Пачки упаковывают блоками в термоусадочную пленку по ГОСТ 25951 и в соответствии с ГОСТ 25776.

Масса нетто ящика или блока — 15—20 кг.

Допускается упаковывание пачек и пакетов в четырехслойные бумажные мешки (ГОСТ 2226), при этом пачки и пакеты предварительно покрывают одним слоем оберточной бумаги плотностью

120 г/см^2 по ГОСТ 8273 или термоусадочной пленкой по ГОСТ 25951. Масса нетто — не более 40 кг. При отправке в районы Крайнего Севера и труднодоступные районы пачки и пакеты с продуктом упаковывают в соответствии с ГОСТ 15846.

(Измененная редакция, Изм. 1, 2, 3, 4).

4.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

На каждую упаковочную единицу наносят надпись, содержащую следующие данные:

наименование продукта;

номер партии и дату изготовления;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта.

При транспортировании двууглекислого натрия, упакованного в пачки или пакеты массой до 100 г, наносят данные о количестве мелких упаковочных единиц.

При поставке продукта на экспорт мешки маркируют в соответствии с ГОСТ 14192 и заказами-нарядами внешнеторговых объединений.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

4.4. На каждую пачку или пакет наносят следующие маркировочные данные:

наименование или товарный знак предприятия-изготовителя;

наименование продукта;

назначение продукта;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта;

срок годности не ограничен.

4.5. **(Исключен, Изм. № 2).**

4.6. Двууглекислый натрий транспортируют всеми видами транспорта (кроме авиации) в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Допускается транспортирование двууглекислого натрия автомобильным транспортом навалом с использованием специализированного транспорта (типа муковоза) или в специально изготовленных емкостях из нержавеющей стали.

Двууглекислый натрий, упакованный в мешки, ящики из гофрированного картона и блоки, транспортируют пакетами в соответствии с ГОСТ 26663 по согласованию с потребителями. Средства скрепления — по ГОСТ 21650. Габаритные размеры и масса брутто пакета — по ГОСТ 24597. Высота пакета — не более 1350 мм. По железной дороге двууглекислый натрий транспортируют повагонными отправками.

Допускается транспортировать двууглекислый натрий в универсальных специализированных крупнотоннажных контейнерах, а также насыпью в специализированных контейнерах различных типов (СК-1—5 по ГОСТ 19668 или подобного типа контейнерах по другой НТД).

Специализированные мягкие контейнеры транспортируют по железной дороге открытым подвижным составом повагонными отправками без перевалок, с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях грузоотправителя (грузополучателя) в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

4.7. Двууглекислый натрий хранят в закрытых складских помещениях.

Заполненные специализированные контейнеры хранят как в крытых складских помещениях, так и на открытых площадках в 2—3 яруса по высоте.

Транспортные пакеты хранят в крытых складских помещениях в 2—3 яруса по высоте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие двууглекислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Гарантийный срок хранения двууглекислого натрия — 12 мес со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

ИСО 2201—72 (А) «БИКАРБОНАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ. МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДА»

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает меркуриметрический метод определения хлоридов в техническом бикарбонате натрия с содержанием хлора (в пересчете на NaCl) более 0,001 вес. %.

2. Сущность метода

Ион Cl титруют нитратом ртути в присутствии дифенилкарбазона в качестве индикатора.

3. Реактивы

В процессе определения следует применять дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1. Азотная кислота, 68 %-ный (по весу) или 14 н. раствор (приблизительно) плотностью 1,40 г/мл.

3.2. Азотная кислота, 2 н. раствор (приблизительно).

3.3. Едкий натр, 2 н. раствор (приблизительно).

3.4. Хлористый натрий, 0,1 н. образцовый раствор, приготовленный следующим образом: 5,8443 г хлористого натрия, предварительно высушенного в течение 1 ч при температуре 500 °С и затем охлажденного в эксикаторе, взвешивают с точностью до 0,1 мг, растворяют в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки и перемешивают.

3.5. Контрольный раствор для титрования, приготовленный следующим образом: в коническую колбу вместимостью 500 мл помещают 200 мл воды и 3 капли раствора бромфенола синего и по капле добавляют раствор азотной кислоты до перехода синей окраски в желтую, после чего добавляют еще 3 капли кислоты. Затем приливают 1,0 мл раствора дифенилкарбазона и бюреткой соответствующий объем раствора нитрата ртути, необходимый для перехода желтой окраски раствора в розовато-лиловую (или добавляют одну каплю). Контрольный раствор приготовляют непосредственно перед применением.

3.6. Контрольный раствор для определения

Непосредственно перед использованием приготовляют контрольный раствор для определения таким же образом, как и раствор для титрования, с той лишь разницей, что в конце добавляют раствор нитрата ртути до перехода желтой окраски в розовато-лиловую (или добавляют приблизительно 0,5 мл).

3.7. Нитрат ртути, 0,1 н. титрованный раствор

3.7.1. *Приготовление раствора*

Растворяют 10,85 г окиси ртути (HgO) в 10 мл раствора азотной кислоты и разбавляют водой до 1000 мл. Полученный раствор стандартизуют по методу, описанному в п. 3.7.2, в случае необходимости доведя его до требуемой концентрации.

3.7.2. *Установка титра раствора*

В коническую колбу вместимостью 500 мл помещают 40,0 мл образцового раствора хлористого натрия, 160 мл воды и 3 капли раствора бромфенола синего. По капле добавляют раствор азотной кислоты до перехода синей окраски раствора в желтую, после чего добавляют еще 3 капли кислоты и затем 1,0 мл раствора дифенилкарбазона. Хлорид титруют раствором нитрата ртути, титр которого требуется установить до совпадения его цвета с цветом контрольного раствора для титрования, и затем удаляют соответствующий объем раствора нитрата ртути, добавленный при приготовлении контрольного раствора (приблизительно одну каплю).

Для успешного титрования рекомендуется брать 40,00 мл раствора.

3.8. Нитрат ртути, 0,01 н. титрованный раствор, приготовленный следующим образом: 100,0 мл раствора нитрата ртути помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, добавляют до метки и перемешивают.

3.9. Бромфенол синий, раствор в 95 %-ном (по объему) растворе этилового спирта концентрации 1 г/л.

3.10. Дифенилкарбазон, раствор в 95 %-ном (по объему) растворе этилового спирта концентрации 5 г/л.

4. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура.

5. Проведение испытания

5.1. Проба для анализа

40 г испытываемого образца взвешивают с точностью до 0,1 г.

5.2. Приготовление раствора для испытания

Пробу для анализа помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, доливают 100 мл воды, затем осторожно добавляют 30 мл раствора азотной кислоты. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 3 капли раствора бромфенола синего и азотную кислоту до перехода синей окраски в желтую.

По капле добавляют раствор едкого натра до появления синей окраски, затем — раствор азотной кислоты до перехода в желтую окраску. После этого добавляют еще три капли кислоты. Затем разбавляют до объема приблизительно 200 мл.

5.3. Титрование

К полученному раствору добавляют 1,0 мл раствора дифенилкарбазона и титруют хлорид раствором нитрата ртути до совпадения его окраски с окраской контрольного раствора для определения.

6. Обработка результатов

Содержание хлорида в пересчете на хлористый натрий (NaCl), выраженное в весовых процентах, вычисляют по формуле

$$(V - V_1) \cdot \frac{100}{m} \cdot 0{,}0005845 = \frac{0{,}05845 \cdot (V - V_1)}{m},$$

где V — объем титрованного раствора нитрата ртути, израсходованный на титрование, мл;

V_1 — объем титрованного раствора нитрата ртути, израсходованный на приготовление контрольного раствора для определения, мл;

m — масса пробы для анализа, г;

0,0005845 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 мл титрованного раствора нитрата ртути, г.

Результаты подсчитывают с точностью до третьего десятичного знака.

7. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

ссылку на используемый метод;

результаты и метод обработки результатов;

необычные явления, обнаруженные в процессе определения;

операции, не указанные в настоящем международном стандарте или необязательные.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ИСО 2460—73 (А) «БИКАРБОНАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА С ПРИМЕНЕНИЕМ 1,10-ФЕНАНТРОЛИНА»

1. Назначение

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения содержания железа в техническом бикарбонате натрия.

2. Область применения

Данный метод применим к продуктам, в которых содержание железа равно или больше 0,1 мг/кг.

3. Сущность метода

Восстановление трехвалентного железа гидроксиламмонийхлоридом, образование комплексного соединения двухвалентное железо-1,10-фенантролин в буферной среде. Фотометрическое измерение окрашенного комплексного соединения при длине волны 510 нм.

4. Реактивы

При испытании следует использовать дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Соляная кислота, плотность 1,19 г/мл, 38 %-ный (по массе) или 12 н. раствор.

4.2. Раствор аммиака, плотность 0,91 г/мл, 25 %-ный (по массе) или 13 н. раствор с максимальным содержанием железа 0,2 мг/кг.

4.3. Гидроксиламмонийхлорид ($NH_2OH \cdot HCl$), раствор 10 г/л.

4.4. Буферный раствор pH 4,9.

Растворяют 272 г тригидрата ацетата натрия ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) в 500 мл воды. Добавляют 240 мл ледяной уксусной кислоты плотностью 1,05 г/мл, 99—100 %-ный (по массе) или 17,4 н. раствор, к раствору и разбавляют до 1000 мл.

4.5. Бромная вода, насыщенная при комнатной температуре

4.6. 1,10-фенантролин, солянокислый, моногидрат ($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$); раствор 2,5 г/л.

Этот реактив можно заменить моногидратом 1,10-фенантролина ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$).

4.7. Эталонный раствор железа, содержащий 0,200 г Fe на литр

Растворяют 1,4043 г гексагидрата двойной соли сульфата аммония и сульфата железа/$(NH_4)_2$ Fe $(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$/, взвешенного с точностью до 0,0001 г, в 200 мл воды. Добавляют 20 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/мл, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 мл с одной меткой и перемешивают.

4.8. Эталонный раствор железа, содержащий 0,010 г Fe на литр.

Переносят 25,0 мл эталонного раствора железа (п. 4.7) в мерную колбу вместимостью 500 мл с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

1 мл полученного эталонного раствора содержит 0,010 мг Fe.

4.9. Метиловый оранжевый, раствор 0,5 г/л.

5. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, а также оборудование, указанное в пп. 5.1 и 5.2.

5.1. Спектрофотометр или

5.2. Фотоэлектрический абсорбциометр, снабженный двумя фильтрами и обеспечивающий максимальное пропускание в диапазоне 500—520 нм.

6. Методика определения

6.1. Проба для анализа

100 г образца взвешивают с точностью до 0,1 г.

6.2. Контрольный опыт

В химический стакан вместимостью 600 мл помещают 25 мл воды и такой же объем раствора соляной кислоты, который был использован для нейтрализации пробы для анализа. Добавляют 75 мл раствора аммиака, 5 капель раствора метилового оранжевого и затем нейтрализуют раствором аммиака. По капле добавляют раствор соляной кислоты до изменения окраски раствора на красную, а затем добавляют еще 2 мл этой кислоты. Добавляют 5 мл бромной воды для изменения окраски индикатора, кипятят в течение 5 мин, охлаждают до комнатной температуры. Переносят раствор количественно в мерную колбу вместимостью 250 мл с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают. Далее продолжают опыт в соответствии с п. 6.4.2.

6.3. Построение калибровочного графика

6.3.1. *Приготовление контрольных растворов для фотометрических измерений в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм*

В каждую из пяти мерных колб с одной меткой вместимостью 100 мл последовательно переносят количество эталонного раствора железа (п. 4.8), которое указано в приведенной ниже таблице.

Эталонный раствор железа (п. 4.8), мл	Соответствующая масса Fe, мг
0*	0
2,5	0,025
5,0	0,050
10,0	0,100
15,0	0,150

* Компенсирующий раствор.

В каждую колбу добавляют 0,5 мл раствора соляной кислоты и количество воды, необходимое для доведения объема до 50 мл. Затем приливают 5 мл раствора гидроксиламмонийхлорида, 5 мл раствора солянокислого 1,10-фенантролина и 25 мл буферного раствора. Разбавляют до метки, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин.

6.3.2. *Фотометрические измерения*

Фотометрические измерения проводят на спектрофотометре при длине волны 510 нм или фотоэлектрическом абсорбциометре, снабженном соответствующими фильтрами. Перед измерением устанавливают прибор на нулевое поглощение по компенсирующему раствору.

6.3.3 *Построение калибровочного графика*

Строят график, откладывая по оси абсцисс содержание железа (Fe) в миллиграммах в 100 мл контрольного раствора, а по оси ординат — соответствующее значение поглощения.

6.4. Определение

6.4.1. *Приготовление испытуемого раствора*

Переносят пробу для анализа в химический стакан вместимостью 1000 мл.

Добавляют 120 мл воды и тщательно нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 5 капель раствора метилового оранжевого. Добавляют еще 2 мл соляной кислоты, затем 5 мл бромной воды. Кипятят в течение 5 мин, охлаждают до комнатной температуры, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 мл с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

6.4.2. *Проявление окрашивания*

Переносят 50,0 мл испытуемого раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл с одной меткой. Добавляют 5 мл раствора гидроксиламмонийхлорида, 5 мл солянокислого раствора 1,10-фенантролина и 25 мл буферного раствора. Разбавляют до метки, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин.

6.4.3. *Фотометрическое измерение*

Измеряют поглощение раствора в соответствии с п. 6.3.2. Предварительно устанавливают прибор на нулевое поглощение по раствору контрольного опыта.

7. Обработка результатов

По калибровочному графику определяют содержание железа, соответствующее измеренному поглощению.

Содержание железа (Fe) в миллиграммах на килограмм вычисляют по формуле

$$m_1 \cdot \frac{250}{50} \cdot \frac{1000}{m_0} = \frac{5000 \cdot m_1}{m_0},$$

где m_1 — масса железа (Fe), определенная в аликвоте испытуемого раствора, мг;

m_0 — масса пробы для анализа, г.

8. Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующие данные:

а) ссылку на используемый метод;

б) результаты и используемый метод их обработки;

в) любые необычные явления, замеченные при определении;

г) любые операции, не включенные в настоящий международный стандарт или необязательные.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.04.76 № 932**

Приложения 1 и 2 настоящего стандарта подготовлены методом прямого применения международных стандартов ИСО 2201—72 (А) «Бикарбонат натрия технический. Меркуриметрический метод определения содержания хлорида» и ИСО 2460—73 (А) «Бикарбонат натрия технический. Фотометрический метод определения содержания железа с применением 1,10-фенантролина»

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 2156—68**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2а.2	ГОСТ 8273—75	4.2
ГОСТ 61—75	3.10.1	ГОСТ 9147—80	3.4.1а
ГОСТ 745—79	4.2	ГОСТ 10354—82	4.2
ГОСТ 1770—74	3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1; 3.9.1; 3.10.1; 3.11.1; 3.13.1; 3.14.1	ГОСТ 10485—75	3.7.2
		ГОСТ 10555—75	3.9.4
ГОСТ 2226—88	4.1; 4.2	ГОСТ 13502—86	4.2
ГОСТ 3118—77	3.5.1; 3.9.1; 3.10.1; 3.11.1	ГОСТ 13841—95	4.2
ГОСТ 3760—79	3.9.1; 3.10.1	ГОСТ 14192—96	4.3
ГОСТ 3773—72	3.10.1	ГОСТ 15846—79	4.2
ГОСТ 3956—76	3.4.1а	ГОСТ 18300—87	3.6.1; 3.9.1
ГОСТ 4108—72	3.11.1	ГОСТ 19668—74	4.6
ГОСТ 4204—77	3.5.1; 3.12.1а	ГОСТ 21560.0—82	3.1
ГОСТ 4212—76	3.9.1; 3.10.1; 3.11.1; 3.13.1, 3.14.1	ГОСТ 21650—76	4.6
		ГОСТ 24104—88	3.4.1а; 3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1; 3.9.1; 3.10.1; 3.11.1; 3.12.1а; 3.13.1; 3.14.1
ГОСТ 4233—77	3.6.1		
ГОСТ 4328—77	3.6.1; 3.13.1; 3.14.1		
ГОСТ 4403—91	3.8.1	ГОСТ 24597—81	4.6
ГОСТ 4461—77	3.6.1	ГОСТ 25336—82	3.4.1а; 3.5.1; 3.6.1; 3.8.1; 3.9.1; 3.10.1; 3.11.1; 3.12.1а; 3.13.1; 3.14.1
ГОСТ 4520—78	3.6.1		
ГОСТ 4530—76	3.10.1		
ГОСТ 5712—78	3.10.1	ГОСТ 25776—83	4.2
ГОСТ 5845—79	3.14.1	ГОСТ 25951—83	4.2
ГОСТ 6709—72	3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1; 3.9.1; 3.10.1; 3.11.1; 3.13.1; 3.14.1	ГОСТ 26663—85	4.6
ГОСТ 7328—82	3.4.1а; 3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1; 3.9.1; 3.10.1; 3.11.1; 3.12.1а; 3.13.1; 3.14.1		

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 10.04.91 № 472**

6. **ИЗДАНИЕ (май 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в ноябре 1978 г., марте 1986 г., июне 1989 г., мае1992 г. (ИУС 1—79, 7—86, 11—89, 8—92)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 18.06.2001. Подписано в печать 20.07.2001. Усл. печ. л. 2,32.
Уч.-изд. л. 1,85. Тираж 300 экз. С 1594. Зак. 716.

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

gost.e-ecolog.ru