ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА БРОМИСТОВОДОРОДНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2062—77

Издание официальное

БЗ 10—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.141-41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КИСЛОТА БРОМИСТОВОДОРОДНАЯ

Технические условия

ГОСТ 2062—77

Reagents. Hydrobromic acid. Specifications

ОКП 26 1231 0010 00

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на реактив — бромистоводородную кислоту, которая представляет собой бесцветную или слегка желтоватую жидкость плотностью 1,38 г/см^3 (40 %-ный раствор) и 1,46 г/см^3 (46 %-ный раствор).

Формула HBr.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 80,91.

Допускается изготовление бромисто-водородной кислоты по ИСО 6353-3—87 (Р. 66) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Бромистоводородная кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям бромистоводородная кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч д а) ОКП 26 1231 0012 09	Чистый (ч) ОКП 26 1231 0011 10
1 Массовая доля бромистоводородной кислоты (HBr), %, не менее	46,0	40,0
2 Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,002	0,005
3 Массовая доля йодидов (J), %, не более	0,0002	0,0010
4 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005
5 Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0002	0,0020
6 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0015	0,10
7 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0005
8 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00001	0,00005
9 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю йодидов, сульфатов, фосфатов, мышьяка и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в одной из десяти партий.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характе-

ристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы должна быть не менее 360 г. Количество бромистоводородной кислоты, необходимое для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или цилиндром с погрешностью не более 1 % (по объему).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Определение массовой доли бромистоводородной кислоты

3.2.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метиловый красный (индикатор); раствор с массовой долей индикатора 0,2 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1

Бюретка 1(2)—2—50—0,1 по НТД.

Колба Кн-1—250—24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.2. *Проведение анализа*

2 см^3 (3 г) препарата быстро помещают в коническую колбу (с притертой пробкой), взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, куда предварительно внесено 15 см^3 воды, и снова взвешивают с той же точностью. По разности взвешиваний определяют массу препарата.

Затем к раствору прибавляют 2 капли раствора метилового красного и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3 (1 н.) до перехода красной окраски раствора в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю бромистоводородной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}08091 \cdot 100}{m} - 2{,}27 \cdot X_2,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,08091 — масса бромистоводородной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 1 моль/дм^3, г,

2,27 — коэффициент пересчета массовой доли хлоридов на бромистоводородную кислоту,

m — масса навески препарата, г,

X_2 — массовая доля хлоридов, определяемая по п 3 7, %

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,1 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$

3 3 Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов проводят по ГОСТ 27184

При этом к 34 см^3 (50 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 36 см^3 (50 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему цилиндром 1(3)—50—2 (ГОСТ 1770) прибавляют 1 каплю химически чистой серной кислоты (ГОСТ 4204) и выпаривают досуха на электрической плитке, покрытой слоем асбеста, не допуская разбрызгивания

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

3 4 Определение массовой доли йодидов

3 4 1 *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Бриллиантовый зеленый (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей индикатора 0,25 % Полученный раствор разбавляют водой 1 2

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457, х ч раствор с массовой долей 0,01 %

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х ч

Раствор, содержащий йодиды, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации йодидов 0,01 мг/см^3 J

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта

Толуол по ГОСТ 5789

Фенол по ТУ 6—09—5303—86, раствор с массовой долей 0,5 %

Воронка ВД-1 (2, 3)—250 ХС по ГОСТ 25336

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770

Пипетка 6—2—5(10) по НТД

Спектрофотометр СФ-16, концентрационный фотоэлектрический колориметр КФК-2

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.4.2. *Проведение анализа*

8,6 см^3 (12,5 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 9,1 см^3 (12,5 г) препарата квалификации «чистый» помещают в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

В три делительные воронки помещают по 50 см^3 полученного раствора (соответствуют 2,5 г препарата). Затем в третью делительную воронку вводят раствор, содержащий 0,002 мг йодидов. Во вторую и третью делительные воронки прибавляют по 1 см^3 раствора бромноватокислого калия, перемешивают и выдерживают 10 мин.

Затем в каждую делительную воронку прибавляют по 0,1 см^3 раствора фенола и перемешивают. Через 2 мин прибавляют по 1,5 см^3 разбавленного раствора бриллиантового зеленого, перемешивают, прибавляют по 10 см^3 толуола и сразу же встряхивают в течение 2 мин. Спустя 30 мин водный раствор отделяют и отбрасывают, а экстракт (толуольный слой) сливают в сухую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм и измеряют оптическую плотность по отношению к толуолу на спектрофотометре при длине волны (610±10) нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны (670±10) нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю йодидов (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{2 \cdot (D_2 - D_1) \cdot 100}{(D_3 - D_2) \cdot 2{,}5 \cdot 1000000},$$

где D_1 — оптическая плотность экстракта из 1-й делительной воронки,

D_2 — оптическая плотность экстракта из 2-й делительной воронки;

D_3 — оптическая плотность экстракта из 3-й делительной воронки.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,37 см^3 (2 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 0,36 см^3 (0,5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 4(5)—2—2 (по НТД), помещают в стакан или колбу, доводят водой объем до 10 см^3, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % (ГОСТ 3760) по красной или синей лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до 25 см^3.Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

Значение оптической плотности анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, содержащему кроме

реактивов, предусмотренных ГОСТ 10671.5, объем раствора аммиака, израсходованный на нейтрализацию.

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

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

Допускается проводить определение визуально из навески 0,5 г после нейтрализации препарата.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. При этом 3,4 $см^3$ (5 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 3,6 $см^3$ (5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 6—2—5 (по НТД), помещают в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$, разбавляют 5 $см^3$ воды, нейтрализуют раствором аммиака х.ч. (ГОСТ 3760) в присутствии 1—2 капель раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 %, охлаждают до комнатной температуры, доводят объем раствора водой до 15 $см^3$ и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

Допускается проводить определение визуально. Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт, определяя массовую долю фосфатов в применяемом для нейтрализации количестве аммиака и при их обнаружении в результат анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.7. Определение массовой доли хлоридов

3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Иономер ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Электрод серебряный индикаторный, изготовленный в виде спирали из серебряной проволоки длиной 300 мм, диаметром 1,0—1,5 мм или из серебряной пластины длиной 100 мм, шириной 10 мм. Перед применением поверхность электрода чистят тонкой наждач-

ной бумагой и выдерживают в растворе азотной кислоты до появления пузырьков на поверхности металла. При повторном использовании серебряный электрод сначала помещают в раствор аммиака для растворения налета азотнокислого серебра, а затем в раствор азотной кислоты.

Электрод хлорсеребряный с мостиком, заполненный насыщенным раствором азотнокислого натрия, или ртутно-каломельный, насыщенный азотнокислым натрием.

Бюретка 3—2—25—0,10 по НТД.

Колба Кн-2—100—18 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан Н-2—250 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—10—2 и 1—25—2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., разбавленная 1:2.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168, насыщенный раствор.

Натрий сернистокислый 7-водный или натрий сернистокислый по ГОСТ 195; раствор с массовой долей 3 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

3.7.2. *Проведение анализа*

7,2 см^3 (10 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 6,8 см^3 (10 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему цилиндром вместимостью 10 см^3, помещают в коническую колбу, прибавляют 25 см^3 раствора азотной кислоты и 5 см^3 пероксида водорода. Содержимое колбы перемешивают и нагревают на песчаной бане или на электроплитке при температуре около 200 °С до обесцвечивания, поддерживая объем постоянным. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в стакан, прибавляют 50—80 см^3 воды, 2—3 капли раствора сернистокислого натрия и титруют из бюретки раствором азотнокислого серебра, прибавляя его порциями по 0,1 см^3. После каждой порции титранта носик бюретки промывают 2—3 каплями воды.

Сначала титруется оставшийся бром-ион (первый скачок потенциала), затем хлор-ион (второй скачок потенциала). Разность потенциалов считают установившейся, если она не меняется в течение 1 мин.

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}001773 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,05 моль/дм^3, израсходованный на суммарное титрование бром-иона и хлор-иона, см^3;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование бром-иона (первый скачок потенциала), см^3;

m — масса навески препарата, г;

0,001773 — масса хлоридов, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого серебра молярной концентрации точно 0,05 моль/дм^3.

Объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование $V(V_1)$ в кубических сантиметрах, вычисляют с точностью до второго десятичного знака по формуле

$$V(V_1) = V_н + \frac{0{,}1 \cdot A}{A + B},$$

где $V_н$ — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,05 моль/дм^3, соответствующий точке начала скачка потенциала, см^3;

A — разность потенциалов после скачка, мВ;

B — разность потенциалов до скачка, мВ;

0,1 — интервал дозировки раствора азотнокислого серебра при титровании, см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,003 %.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа ±0,002 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.7, 3.7.1—3.7.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 3,4 см^3 (5 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 3,6 см^3 (5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 6—2—5 (НТД), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют водой до 20 см^3 и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается измерение оптической плотности при длине волны 400—440 нм.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.9. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 6,8 $см^3$ (10 г) препарата квалификации «чистый для анализа», взятые по объему цилиндром 1(3)—10—2 (ГОСТ 1770), или 3,6 $см^3$ (5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 6—2—5 (НТД), помещают в колбу прибора для определения мышьяка, разбавляют 10 $см^3$ воды, нейтрализуют раствором аммиака х.ч. (ГОСТ 3760) по лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до 30 $см^3$ и далее определение проводят с применением бромнортутной бумаги в солянокислой среде, выдержав после прибавления раствора хлорида олова (II) колбу прибора открытой в течение 1 мин.

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

для препарата чистый для анализа — 0,0010 мг As,

для препарата чистый — 0,0025 мг As,

30 $см^3$ раствора хлорида олова (II), 5 $см^3$ раствора йодистого калия и 5 г цинка.

3.8, 3.9. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 3,4 $см^3$ (5 г) препарата квалификации «чистый для анализа» или 3,6 $см^3$ (5 г) препарата квалификации «чистый», взятые по объему пипеткой 6—2—5 (по НТД), помещают в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ (с меткой на 20 $см^3$), растворяют в 10 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, нейтрализуют раствором аммиака х.ч. ГОСТ 3760 по лакмусовой бумаге, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят тиоацетамидным методом (фотометрически или визуально), не прибавляя раствор виннокислого калия-натрия.

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

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт, определяя массовую долю тяжелых металлов в применяемом для нейтрализации количестве аммиака и при их обнаружении в результат анализа вводят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 3т-1; 3т-5; 8-5.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII не более 8 кг.

4.1а. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192. На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.1, черт. 8, классификационный шифр 8172) и серийный номер ООН — 1788.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие бромистоводородной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Бромистоводородная кислота может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожи и нарушать функции центральной нервной системы и терморегуляцию.

Предельно допустимая концентрация бромистого водорода в воздухе рабочей зоны — 2 мг/м^3. Бромистый водород относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (противогазы марок В, БКФ или респираторы, резиновые сапоги и перчатки, прорезиненные фартуки). Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией; анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу.

6.4. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

6.5. Жидкие отходы производства возвращаются в производственный цикл.

6.6. В воздухе рабочей зоны бромистый водород в присутствии брома определяют способом, основанным на поглощении раствором мышьяковистой кислоты с последующим взаимодействием с азотнокислым серебром.

6.5, 6.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353-3—87
Реактивы для химического анализа. Технические условия. Вторая серия
Р.66 БРОМИСТО-ВОДОРОДНАЯ КИСЛОТА

Относительная молекулярная масса	— 80,92
Р.66.1 Техническое описание	
Массовая доля бромисто-водородной кислоты (HBr), %	47—49
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,03
Массовая доля йодида (J), %, не более	Испытание (около 0,002 %)
Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005
Массовая доля суммы сульфатов и сульфитов (в виде SO_4), %, не более	0,003
Массовая доля мышьяка, (As), %, не более	0,0002
Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002
Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,005

Примечание. Бромисто-водородная кислота с массовой долей 40 и 50 % также выпускаются промышленностью.

Р.66.2. Приготовление испытуемого раствора

К 50 г (34 $см^3$) образца по каплям добавляют объем бромной воды, необходимый для получения устойчивой желтой окраски, а затем добавляют 1 $см^3$ раствора карбоната натрия с массовой долей 10 %. Раствор выпаривают досуха на водяной бане, полученный остаток растворяют в 1 $см^3$ воды и 0,1 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % при осторожном нагревании, а затем разбавляют водой до 50 $см^3$

Р.66.3. Проведение анализа

Р.66.3.1. *Определение массовой доли бромисто-водородной кислоты*

0,3 г образца, взвешенного с точностью 0,0001 г, запаивают в тонкостенную ампулу и помещают ее в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, содержащую 200 $см^3$ воды. Колбу закрывают пришлифованной стеклянной пробкой. Сильно встряхнув, разбивают ампулу и через 5 мин вынимают и ополаскивают пробку водой. Раствор титруют титрованным раствором гидроокиси натрия, c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$, по метилоранжевому индикатору.

1,00 $см^3$ раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 1,000 моль/$дм^3$, соответствует 0,08092 г HBr.

Р.66.3.2. *Определение массовой доли хлоридов*

Помещают 1 г (0,68 $см^3$) образца в круглодонную колбу, содержащую небольшие стеклянные гранулы и смесь из 35 $см^3$ воды и 15 $см^3$ азотной кислоты. Медленно нагревают до момента закипания и пропускают поток азота через раствор до тех пор, пока раствор не обесцветится полностью. Общий объем раствора должен быть не менее 40 $см^3$. После охлаждения раствор разбавляют водой до 100 $см^3$.

К 20 $см^3$ полученного раствора добавляют 1 $см^3$ титрованного раствора нитрата серебра, c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/$дм^3$.

Сравнивают помутнение полученного раствора с помутнением титрованного раствора, приготовленного таким же образом, используя 3 $см^3$ хлоридного раствора сравнения I (3 $см^3$ =0,03 % Cl). Раствор сравнения I готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:10. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.66.3.3. *Определение массовой доли йодидов*

4 г (2,7 $см^3$) образца разбавляют 20 $см^3$ воды, прибавляют 0,2 $см^3$ раствора хлорида железа (III) и 5 $см^3$ хлороформа. Полученный раствор оставляют на 5 мин, а затем встряхивают в течение 1 мин.

Хлороформенный слой не должен иметь намека на фиолетовую окраску.

Р.66.3.4. *Определение массовой доли фосфатов*

Берут 5 $см^3$ испытуемого раствора (Р.66.2), разбавляют водой до 20 $см^3$ и проводят анализ по ОМ 4*.

Готовят контрольный раствор, используя 2,5 $см^3$ фосфатного раствора сравнения II (2,5 $см^3$ = 0,0005 % PO_4). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,43 г KH_2PO_4 растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.66.3.5. *Определение массовой доли суммы сульфатов и сульфитов*

Берут 5 $см^3$ испытуемого раствора (Р.66.2), разбавляют водой до 20 $см^3$ и далее проводят анализ по ОМ 3*.

Готовят контрольный раствор, используя 1,5 $см^3$ сульфатного раствора сравнения I (1 $см^3$ = 0,002 % SO_4). Раствор сравнения I готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:10. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г K_2SO_4 растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.66.3.6. *Определение массовой доли мышьяка*

1 г (0,68 $см^3$) образца разбавляют водой до 40 $см^3$ и проводят анализ по ОМ 11**.

---

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-2—82.

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

Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ мышьяксодержащего раствора сравнения III (2 $см^3$ = 0,0002 % As). Раствор сравнения III готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:1000. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,32 г As_2O_3 растворяют в 3 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 27 %, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.66.3.7. *Определение массовой доли тяжелых металлов*

Берут 4 $см^3$ испытуемого раствора (Р.66.2), разбавляют водой до 20 $см^3$ и проводят анализ по ОМ 7*.

Готовят контрольный раствор сравнения, используя 2 $см^3$ свинецсодержащего раствора сравнения II (2 $см^3$ = 0,0005 % Pb). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,60 г $Pb(NO_3)$ растворяют в воде, добавляют 1 $см^3$ HNO_3, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$.

Р.66.3.8. *Определение массовой доли железа*

Берут 10 $см^3$ испытуемого раствора (Р.66.2) и далее анализ проводят по ГОСТ 10555 фенантролиновым методом.

Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ железного раствора сравнения II (2 $см^3$ = 0,0002 % Fe). Раствор сравнения II готовят непосредственно перед применением разбавлением основного раствора сравнения в мерной колбе в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 8,63 г $NH_4Fe\,(SO_4)\cdot 12\,H_2O$ растворяют в 10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$.

Р.66.3.9. *Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов*

Анализ проводят по ОМ 17* из навески 40 г (27 $см^3$). Масса остатка не должна превышать 2 мг.

---

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

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

5.4. Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

К указанному объему испытуемого раствора добавляют 5 $см^3$ раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %. Доводят pH раствора до 1,8 и нагревают раствор до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 $см^3$ диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибденофосфатный комплекс 0,2 $см^3$ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в соляной кислоте. Сравнивают интенсивность окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.3. Определение массовой доли сульфатов

Смешивают 0,25 $см^3$ раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 30 % с 1 $см^3$ раствора дигидрата хлорида бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Точно через 1 мин к этой смеси прибавляют указанный объем испытуемого раствора, который предварительно подкисляют 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %. Через 5 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией контрольного раствора.

5.11. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485 методом с применением диэтилдитиокарбамата серебра визуально.

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

Прибавляют 0,2 $см^3$ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % к указанному объему испытуемого раствора и насыщают его сероводородом или используют подходящее количество сероводородной воды.

Сравнивают коричневый цвет испытуемого и контрольного растворов.

5.17. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

Помещают указанную навеску в подходящий тигель или посуду, предварительно нагретую в печи, отрегулированной на температуру (650±50) °С в течение 15 мин, охлажденную в эксикаторе и взвешенную с точностью до 0,1 мг. Прибавляют 0,25 $см^3$ раствора серной кислоты и нагревают в хорошо вентилируемом шкафу, не доводя до кипения до тех пор, пока навеска не испарится полностью, избегая возгорания органических продуктов. При необходимости продолжают слабое нагревание до полного исчезновения

дыма, затем нагревают в печи, отрегулированной на (650±50) °С в течение 15 мин (если не оговорено иначе), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Примечание. Если навеска велика, может оказаться более удобным обугливать большие навески несколькими последовательными партиями после прибавления 0,5 $см^3$ раствора серной кислоты ко всей навеске.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.И. Волковая, Л.М. Николаева, З.М. Ривина, З.А. Жукова, Л.В. Кидиярова, Т.К. Палдина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.12.77 года № 2996

3. **Срок первой проверки — 1992 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 2062—67**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	6.1
ГОСТ 195—77	3.7.1
ГОСТ 1277—75	3.7.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.4.1, 3.3, 3.7.1, 3.9
ГОСТ 3760—79	3.6, 3.7.1, 3.9, 3.10
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4168—79	3.7.1
ГОСТ 4204—77	3.3
ГОСТ 4212—76	3.4.1
ГОСТ 4232—74	3.4.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1
ГОСТ 4457—74	3.4.1
ГОСТ 4461—77	3.7.1
ГОСТ 5789—78	3.4.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.4.1, 3.7.1
ГОСТ 10485—75	3.9, Приложение 2
ГОСТ 10555—75	3.8, Приложение 1
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.6—74	3.6

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 10929—76	3.7.1
ГОСТ 14192—77	4 1а
ГОСТ 17319—76	3.10
ГОСТ 18300—87	3.4.1
ГОСТ 19433—88	4.1а
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.4.1, 3.7.1
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1
ГОСТ 25794.3—83	3.7.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27184—86	3.3
ИСО 6353-3—87	Вводная часть
ИСО 6353-1—82	Вводная часть

6. Ограничение срока действия снято по Протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1983 г., ноябре 1987 г., феврале 1993 г. (ИУС 10—83, 2—88, 8—93)

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *В И Варенцова*
Компьютерная верстка *А С Юфина*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 04 06 97 Подписано в печать 01 07 97
Усл печ л 1,16 Уч -изд л 1,05 Тираж 155 экз С 648 Зак 468

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

gost.e-ecolog.ru