

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ УКСУСНОКИСЛЫЙ 3-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 199—78

Издание официальное

БЗ 11—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.292'133—41:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

НАТРИИ УКСУСНОКИСЛЫЙ 3-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 199—78

Reagents Sodium acetate, 3 aqueous
Specifications

ОКП 26 3421 1290 05

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на 3-водный уксуснокислый натрии, который представляет собой бесцветные прозрачные кристаллы, растворим в воде, выветривается в сухом и расплывается во влажном воздухе

Формула $CH_3COONa \cdot 3H_2O$

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г) — 136,08

Допускается изготовление 3-водного уксуснокислого натрия по приложению 1 и проведение анализов по приложению 2

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1 3-водный уксуснокислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке

1 2 По физико-химическим показателям 3-водный уксуснокислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в табл 1

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч д а)	Чистый (ч)
	ОКП 26 3421 1292 03	ОКП 26 3421 1291 04
1 Массовая доля 3-водного уксуснокислого натрия ($CH_3COONa \times 3H_2O$), %, не менее	99,5	99,0
2 Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005
3 Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту (CH_3COOH), %, не более	0,02	0,02
4 Массовая доля щелочеи в пересчете на гидроокись натрия (NaOH), %, не более	0,01	0,02
5 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001	0,002
6 Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0002	0,0010
7 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0010	0,0010
8 Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,0005	0,0010
9 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0005
10 Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,0015	0,0025
11 Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,00025	0,00050
12 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00005	Не нормируется
13 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0010

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю сульфатов, фосфатов, алюминия, кальция,

магния, мышьяка и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждои 20-партии

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3 1 Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса среднеи пробы должна быть не менее 585 г

3 2а Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025

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

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарге

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

3 2 Определения массовой доли 3-водного уксуснокислого натрия

Определение проводят по ГОСТ 17444. При этом около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 25 $см^3$ уксусной кислоты и далее определение проводят методом визуального титрования в неводной среде.

Масса 3-водного уксуснокислого натрия, соответствующая 1 $см^3$ уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно с ($HClO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), — 0,01361 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан В(Н)-1—600 ТС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ-ПОР 10(16) ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(2)—500—2 по ГОСТ 1770.

Чашка ЧВК-2—100 по ГОСТ 25336.

3.3.2. *Проведение анализа*

100,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 400 $см^3$ воды. Стакан накрывают часовым стеклом или чашкой и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане.

Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный, результат

взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 150 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту и массовой доли щелочей в пересчете на гидроокись натрия

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 5 см³ и ценой деления 0,02 см³.

Колба Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NAOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

3.4.2. *Проведение анализа*

10,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ воды и прибавляют три капли раствора фенолфталеина. Если при этом раствор остается бесцветным, то прибавляют по каплям из бюретки раствор гидроокиси натрия до появления розовой окраски. Если же раствор окрашен в розовый цвет, то прибавляют по каплям из бюретки раствор соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту (CH_3COOH) или массовую долю щелочей в пересчете на гидроокись натрия (NaOH) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V\ m_1\ 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3 или раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3 израсходованный на титрование, см^3,

m — масса навески препарата, г,

m_1 — масса CH_3COOH (0,006) или NaOH (0,004), соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3 или раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004 %

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,002 % при доверительной вероятности P = 0,95

3 4 1, 3 4 2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3 5 Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671 5 При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 или 100 см^3 (с меткои на 25 см^3) и растворяют в 15 см^3 воды Затем прибавляют 0,1 см^3 раствора 2,4-динитрофенола с массовой долей 0,1 % (готовят по ГОСТ 4919 1) и по каплям, постоянно перемешивая, — раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой Затем объем раствора доводят водой до 25 см^3 и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально- нефелометрическим (способ 1) методом

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3 6 Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671 6 При этом 10,00 г пре-

парата помещают в цилиндр с пришлифованной пробкой (ГОСТ 1770) вместимостью 50 см³ и растворяют в 7,5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 50 % Объем раствора доводят водои до 15 см³ перемешивают и далее определение проводят фотометрически по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг

Допускается заканчивать определение визуально с извлечением фосфорнованадиевомолибденового комплекса в слои изоамилового спирта (5 см³)

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольныи опыт При обнаружении примеси фосфатов в результат анализа вносят поправку

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов определение заканчивают фотометрически

3 7 Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671 7 При этом 2,00 г препарата помещают в мерную (при определении фототурбидиметрическим методом) или коническую колбу вместимостью 100 см³ с меткои на 40 см³ (при определении визуально-нефелометрическим методом) и растворяют в 30 см³ воды Затем прибавляют 3,5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, нагревают до кипения и охлаждают Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом, *не прибавляя раствор азотнои кислоты*

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

для препарата чистый для анализа — 0,020. мг,

для препарата чистый — 0,020 мг

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт При обнаружении примеси хлоридов в результат анализа вносят поправку

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом

3 6, 3 7 **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.8. Определение массовой доли алюминия

3.8.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—50—18(22) по ГОСТ 25336

Пипетки вместимостью 1 или 2 $см^3$ и пипетки вместимостью 5 или 10 $см^3$.

Цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770.

Алюминон, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4517 не ранее чем за 1 ч до определения (годен в течение 5 сут).

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770, х. ч., раствор; готовят следующим образом: к 20 г углекислого аммония прибавляют 20 $см^3$ раствора аммиака, 40 $см^3$ воды, растворяют при слабом нагревании, доводят объем раствора водой до 100 мл и перемешивают.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 5 %, проверенный на отсутствие алюминия в условиях приготовления раствора сравнения.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная.

Раствор, содержащий Al; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 $мг/см^3$ Al.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют 20 $см^3$ воды, прибавляют при перемешивании 0,4 $см^3$ уксусной кислоты, 2 $см^3$ раствора алюминона и перемешивают. Через 5 мин прибавляют 10 $см^3$ раствора углекислого аммония и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым следующим образом: к 5,3 $см^3$ воды, содержащим:

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

для препарата чистый — 0,02 мг Al,

прибавляют 15 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония, 0,1 $см^3$ уксусной кислоты и 2 $см^3$ раствора алюминона. Через 5 мин прибавляют 10 $см^3$ раствора углекислого аммония и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3 9 Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555 При этом 5,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 20 см³ воды Затем прибавляют 6 см³ раствора соляной кислоты с массовои долеи 25 % (ГОСТ 3118), нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин Раствор охлаждают, осторожно нейтрализуют водным аммиаком (ГОСТ 3760) по универсальной индикаторной бумаге до pH 2, прибавляют 0,1 см³ раствора уксусной кислоты и далее определение проводят 1,10-фенантролиновым методом

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа 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 количествами реактивов проводят контрольный опыт При обнаружении примеси железа в результат анализа вносят поправку

Допускается заканчивать определение визуально

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически

3 10 Определение массовой доли кальция (химический метод)

3 9, 3 10 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3 10 1 *Посуда, реактивы и растворы*

Пипетки вместимостью 1 или 2 см³ и пипетки вместимостью 5 или 10 см³

Пробирка П4—25—14/23 по ГОСТ 25336

Мурексид, раствор с массовой долей 0,05 % (годен в течение 2 суток)

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н), готовят по ГОСТ 25794 1

Раствор, содержащий Са, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Са

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3 10 2 *Проведение анализа*

0,60 г препарата помещают в пробирку, растворяют в 5 см³ воды, прибавляют 2 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора мурексида, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1—2 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,009 мг Ca,

для препарата чистый — 0,015 мг Ca,

2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и 1 $см^3$ раствора мурексида.

Окраска раствора устойчива в течение 10 мин.

При разногласиях в оценке массовой доли кальция определение проводят атомно-абсорбционным методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.11. Определение массовой доли магния (химический метод)

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.11.1. *Посуда, реактивы и растворы*

Пипетки вместимостью 1 и 2 $см^3$ и пипетки вместимостью 5 или 10 $см^3$.

Пробирка П4—25—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 30 %, готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/$см^3$ Mg.

Титановый желтый, раствор с массовой долей 0,05 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.11.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в пробирку, растворяют в 6 $см^3$ воды, доводят объем раствора водой до 8 $см^3$ и перемешивают. Затем прибавляют 0,2 $см^3$ раствора титанового желтого и 2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг Mg,

для препарата чистый — 0,010 мг Mg,

0,2 $см^3$ раствора титанового желтого и 2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия.

При разногласиях в оценке массовой доли магния определение проводят атомно-абсорбционным методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.11а. Определение массовой доли кальция и магния (атомно-абсорбционный метод)

3.11а.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Спектрофотометр «Сатурн» или другой с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1 или 2 $см^3$ и пипетки вместимостью 5 или 10 $см^3$

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,001 моль/$дм^3$ (0,001 н).

Раствор, содержащий Ca; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением водой готовят раствор, массовой концентрации 0,1 мг/$см^3$ Ca (раствор А).

Раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением раствором соляной кислоты готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/$см^3$ Mg (раствор Б).

Натрий уксуснокислый 3-водный, не содержащий примесей кальция и магния, или с минимальным их содержанием, определяемым методом добавок и учитываемым при построении градуировочного графика.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.11а.2. *Приготовление анализируемого раствора*

5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.11а.3. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения 5,00 г 3-водного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу, растворяют в воде и добавляют указанные в табл. 2 объемы растворов А и Б. Объем

каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, $см^3$		Масса примесей в 100 см3 раствора сравнения, мг		Массовая доля примесей в пересчете на препарат, %	
	А	Б	Ca	Mg	Ca	Mg
1	—	—	—	—	—	—
2	0,5	0,75	0,05	0,0075	0,001	0,00015
3	1,0	1,5	1,0	0,015	0,002	0,0003
4	2,0	3,0	0,2	0,030	0,004	0,0006

3 11а 4 *Проведение анализа*

Массовую долю кальция определяют в режиме эмиссии, используя аналитическую линию 422,7 нм

Для анализа берут не менее двух навесок препарата

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемого раствора и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примеси Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое показании для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения После каждого измерения распыляют воду

Массовую долю магния определяют по ГОСТ 22001

3 11а 5 *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая интенсивность излучения на оси ординат, массовую долю примеси кальция в пересчете на препарат — на оси абсцисс

Массовую долю кальция в препарате находят по графику

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %

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

Массовую долю магния в препарате находят по ГОСТ 22001.

3.11а.2—3.11а.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.12. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485. При этом 2,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 30 $см^3$ воды и далее определение проводят методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги при взаимодействии с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги при взаимодействии с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг As,

20 мл раствора серной кислоты, 0,5 мл раствора 2-водного хлорида олова (II) и 5 г цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.13. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу (с пришлифованной или резиновой пробкой), растворяют в 35 $см^3$ воды и далее определение проводят сероводородным методом, прибавляя 2 $см^3$ уксусной кислоты, 5 $см^3$ сероводородной воды и не прибавляя раствор уксуснокислого аммония.

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг Pb,

для препарата чистый — 0,050 мг Pb,

2 $см^3$ уксусной кислоты и 5 $см^3$ сероводородной воды.

3.12, 3.13. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.13.1—3.14.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9.

Группа фасовки: IV, V, VI.

На транспортную тару наносят манипуляционные знаки «Верх» и «Хрупкое» Осторожно» (для стеклянной потребительской тары) по ГОСТ 14192

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4 2 Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, деиствующими на данном виде транспорта

4 3 Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5 1 Изготовитель гарантирует соответствие 3-водного уксуснокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения

5 2 Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления

5 1, 5 2 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6 1 3-водный уксуснокислый натрий действует раздражающе на кожные покровы и слизистые оболочки глаз и дыхательных путей

6 2 При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6 3 Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией

Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353—2—82
Реактивы для химического анализа. Часть 2.
Технические условия. Первая серия

Р29. Натрий уксуснокислый 3-водный $CH_3COONa \quad 3H_2O$
Относительная молекулярная масса — 136,08

Р 29 1 Технические требования

Массовая доля 3-водного уксуснокислого натрия $CH_3COONa \quad 3H_2O$, %, не менее	99
pH раствора с массовой долей 5 %	7,5—9
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,0005
Массовая доля фосфатов, %, не более	0,0005
Массовая доля сульфатов, %, не более	0,002
Массовая доля алюминия, % не более	0,0005
Массовая доля кальция, %, не более	0,002
Массовая доля меди, %, не более	0,0005
Массовая доля железа, %, не более	0,0005
Массовая доля свинца, %, не более	0,0005
Массовая доля калия, %, не более	0,005
Массовая доля веществ, восстанавливающих $KMnO_4$ в пересчете на HCOOH, %, не более	0,005

Р 29 2 Приготовление испытуемого раствора

Растворяют 20 г образца в 100 $см^3$ воды и разбавляют до 200 $см^3$

Р 29 3 Проведение анализа

Р 29 3 1 *Определение массовой доли 3-водного уксуснокислого натрия*

Около 0,4 г образца взвешивают с точностью до 0,0001 г и растворяют в 25 $см^3$ уксусной кислоты

К полученному раствору прибавляют 0,4 $см^3$ уксуснокислого раствора 1-нафтолбензола с массовой долей 0,1 % и титруют раствором хлорной кислоты молярной концентрации точно c ($HClO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$, в присутствии уксусной кислоты до появления зеленой окраски

1,00 $см^3$ раствора хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$)= = 0,100 моль/$дм^3$ соответствует 0,01361 г $CH_3COONa \quad 3H_2O$

Р 29 3 2 *Определение pH раствора с массовой долей 5 %*

Определение проводят в соответствии с ОМ 31 1* с использованием стеклянного индикаторного электрода

---

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

Р 29 3 3 *Определение массовой доли хлоридов*

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р 29 2) и анализируют в соответствии с ОМ 2*, используя вместо раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % 1 $см^3$ азотной кислоты

Готовят контрольный раствор, используя 1 $см^3$ хлоридного раствора сравнения II (1 $см^3$ = 0,0005 % Cl)

Хлоридный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1 100 Основной раствор готовят следующим образом 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают

Р 29 3 4 *Определение массовой доли фосфатов*

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р 29 2), прибавляют 50 $см^3$ воды и анализируют в соответствии с ОМ 4*

Готовят контрольный раствор, используя 1,5 $см^3$ фосфатного раствора сравнения II (1,5 $см^3$ = 0,0005 % PO_4)

Фосфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1 100 Основной раствор готовят следующим образом 1,43 г KH_2PO_4 растворяют в воде, разбавляют водои до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают

Р 29 3 5 *Определение массовой доли сульфатов*

Берут 20 $см^3$ испытуемого раствора (Р 29 2) и анализируют в соответствии с ОМ 3*

Готовят контрольный раствор, используя 4 $см^3$ сульфатного раствора сравнения II (4 $см^3$ = 0,002 % SO_4)

Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1 100 Основной раствор 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 29 3 6 *Определение массовой доли алюминия*

Берут 15 $см^3$ испытуемого раствора (Р 29 2) и анализируют в соответствии с ОМ 9*

Готовят контрольный раствор, используя 5 $см^3$ испытуемого раствора (Р 29 2) и 0,5 $см^3$ алюминий содержащего раствора сравнения II (0,5 $см^3$= = 0,0005 % Al)

Алюминий содержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1 100 Основной раствор готовят следующим образом смесь 17,60 г $KAl(SO_4)_2$ $12H_2O$ и 10 $см^3$ H_2SO_4 с массовой долеи 25 % раство-

---

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

ряют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают

Р 29 3 7 *Определение массовой доли кальция*

Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектроскопии в соответствии с ОМ 29* при следующих условиях.

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	4	Воздух-ацетилен	422,7

Р 29 3 8 *Определение массовой доли меди и свинца*

Определение проводят методом анодной растворяющей вольтамперометрии в соответствии с ОМ 33* при использовании раствора 1 г образца в 25 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией точно c (1/2 H_2SO_4)= =1 моль/$дм^3$

Рабочий электрод	Hg
Электрод сравнения	Ag/AgCl, насыщенный KCl
Первоначальный потенциал	—0,75 В
Потенциалы пика	Cu +0,185 В Pb: —0,31 В
Определение	По методу добавок

Р 29 3 9 *Определение массовой доли железа*

Берут 25 $см^3$ испытуемого раствора (Р 29 2), нейтрализованного раствором соляной кислоты с массовой долей 25 %, и анализируют в соответствии в ОМ 8.1*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 $см^3$ испытуемого раствора (Р 29 2) и 1 $см^3$ железосодержащего раствора сравнения II (1 $см^3$ = 0,0005 % Fe).

Железосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1 : 100. Основной раствор готовят следующим образом. смесь 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ и 10 $см^3$ раствора H_2SO_4 с массовой долей 25 % растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р 29.3.10. *Определение массовой доли калия*

---

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

Определение проводят методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30* при следующих условиях.

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
K	4	Кислород-ацетилен	766,5

Р 29 3 11 *Определение массовой доли веществ, восстанавливающих $KMnO_4$*

Растворяют 10 г образца в 100 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия с молярной концентрацией точно *с* 1/5 $KMnO_4$= =0,1 моль/$дм^3$, кипятят в течение 5 мин и охлаждают

Розовая окраска раствора не должна исчезнуть полностью Прибавляют 2 г йодистого калия и 20 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 20 % и титруют раствором серноватистокислого натрия с молярной концентрацией точно *с* ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ до обесцвечивания раствора Одновременно проводят контрольное определение, используя те же количества всех реактивов, кроме раствора серноватистокислого натрия точной концентрации, исключая анализируемый образец

Объем требуемого титранта, после учета контрольного опыта, не должен превышать 0,25 $см^3$.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353—1—82
Реактивы для химического анализа

Часть 1. Общие методы испытаний

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем испытуемого раствора (Р 29.3.3) подкисляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 $см^3$ раствора нитрата серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %

Через 2 мин сравнивают опалесценцию анализируемого раствора с опалесценцией контрольного раствора.

---

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

5 3 Определение массовои доли сульфатов (ОМ 3)

0 25 $см^3$ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в этаноле с объемнои долеи 30 % смешивают с 1 $см^3$ раствора дигидрата хлорида бария с массовой долеи 25 % (затравочныи раствор) Ровно через 1 мин к этои смеси добавляют указанныи объем испытуемого раствора (Р 29 3 5), предварительно подкисленный 0,5 $см^3$ раствора солянои кислоты с массовой долеи 20 %

Смеси дают стоять 5 мин и сравнивают ее помутнение с помутнением смеси, полученной при аналогичнои обработке соответствующего контрольного раствора

5 4 Определение массовои доли фосфатов (ОМ 4)

5 $см^3$ раствора молибдата аммония с массовой долеи 10 % добавляют к указанному объему испытуемого раствора (Р 29 3 4) Доводят pH раствора до 1,8 и нагревают до кипения Охлаждают, добавляют 12,5 $см^3$ раствора солянои кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 $см^3$ диэтилового эфира Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долеи 5 % и восстанавливают молибденофосфатный комплекс добавлением 0,2 $см^3$ раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в растворе солянои кислоты Сравнивают интенсивность окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора

5 8 Определение массовой доли железа (ОМ 8 1)

Определение проводят с использованием 1,10-фенантролина, следуя указаниям ГОСТ 10555

5 9 Определение массовой доли алюминия (ОМ 9)

5 9 1 *Приготовление реактива алюминон*

0,25 г алюминона (аммониевая соль ауринтрикарбоновои кислоты) и 5 г аравиискои камеди добавляют к 250 $см^3$ воды и нагревают до растворения В полученном растворе растворяют 87 г ацетата аммония

Затем добавляют 145 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и разбавляют водой до объема 500 $см^3$ При необходимости раствор фильтруют Раствор годен в течение месяца

5 9 2 *Методика анализа*

Пробу с указанием объемом испытуемого раствора (Р 29 3 6) нейтрализуют по лакмусу, добавляют 1 $см^3$ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % и доводят pH раствора до 4,5 раствором аммиака с массовой долеи 10 % Затем к полученному раствору добавляют 0,1 $см^3$ тиоуксусной кислоты и 3 $см^3$ реактива алюминона (п 5 9 1), нагревают при температуре около 100 °С в течение 10 мин и охлаждают

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

5 29 Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

5 29 1 *Общие указания*

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

5 29 2 *Методика анализа*

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

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

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

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

5 30 Пламенная фотометрия (ОМ 30)

5 30 1 *Общие указания*

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

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

5 30 2 *Методика анализа*

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

5 31 1 *Определение pH (ОМ 31 1)*

5 31 1 1 *Общие положения*

Рассмотрим гальванический элемент электрод сравнения — насыщенный раствор KCl — раствор *R/pt* H_2

Для буферных растворов R_1 и R_2 с известными значениями pH, соответственно pH_{R1} и pH_{R2}, измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно E_1 и E_2

Если раствор *R* в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным pH, то по различию измеренных значении потенциалов можно рассчитать pH исследуемого раствора

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

$$\frac{E_1 - E_{ис}}{S} + pH_{R_1},$$

$$\frac{E_2 - E_{ис}}{S} + pH_{R_2},$$

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

S — угловой коэффициент

$$S = \left(\frac{mV}{pH}\right) = \frac{E_1 \quad E_2}{pH_{R_1} - pH_{R_2}}$$

5 31 1 2 *Аппаратура*

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

5 31 1 3 *Калибровка*

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

а) оксалатный буферный раствор,

б) тартратный буферный раствор,

в) фталатный буферный раствор;
г) фосфатный буферный раствор,
д) боратный буферный раствор,
е) буферный раствор гидроксида кальция.

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

5.31 1 4. *Методика анализа*

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

Таблица 3

Температура, °С	pH буферных растворов					
	оксалатного	тартратного	фталатного	фосфатного	боратного	гидроксида кальция
15	1,67	—	4,00	6,90	9,27	12,81
20	1,68	—	4,00	6,88	9,22	12,63
25	1,68	3,56	4,01	6,86	9,18	12,45
30	1,69	3,55	4,01	6,85	9,14	12,30
35	1,69	3,55	4,02	6,84	9,10	12,14

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

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед измерением буферным раствором

После промывания электрода водой и анализируемым раствором измеряют pH анализируемого раствора

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

5.33. Вольтамперометрия анодного растворения (инверсионная вольтамперометрия) (ОМ 33)

5.33.1. *Общие указания*

Вольтамперометрия анодного (или катодного) растворения или инверсионная вольтамперометрия применяется для определения следов ионов, в особенности ионов тяжелых металлов. В этом методе используется стационарный электрод, который может представлять собой висящую каплю ртути или твердый электрод, изготовленный, например, из углерода или из платины.

Определяемые вещества сначала осаждают на стационарном электроде из перемешиваемого анализируемого раствора, прикладывая к электроду постоянный потенциал В случае анализа катионов тяжелых металлов они соответственно восстанавливаются до металла, образуя амальгамы на поверхности висящей ртутной капли На этой стадии происходит концентрирование определяемых веществ на электроде

Затем знак потенциала электрода меняют на обратный (для анализа ионов тяжелых металлов с отрицательного на положительный) и постепенно увеличивают по абсолютной величине со временем По мере перехода металлов в форме ионов с поверхности электрода в раствор снимают график зависимости силы тока от напряжения, пики на котором соответствуют концентрациям анализируемых ионов Каждый металл характеризуется определенной величиной потенциала, при которой он переходит в виде ионов в раствор, а высота пика пропорциональна концентрации ионов этого металла в растворе (при условии постоянства условий анализа)

5 33 2 *Методика анализа*

Готовят раствор для анализа, содержащий указанное количество поддерживающего электролита в соответствии с описанием анализа данного конкретного реактива Полученный раствор помещают в чистый полярографический стакан В стакан вносят стержень магнитной мешалки и проводят перемешивание с постоянной скоростью В раствор вводят электроды и пропускают через раствор очищенный азот в течение 5 мин Устанавливают соответствующую исходную разность потенциалов между рабочим электродом и электродом сравнения и проводят электролиз в течение необходимого времени Подробности проведения анализа можно найти в описании, относящемся к данному конкретному реактиву

Приложения 1 и 2 **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов; Т.Г. Манова; И.Л. Ротенберг; В.Н. Смородинская; К.П. Лесина; Е.К. Богомолова, Л.В. Кидиярова, С.И. Габриелян; Н.М. Люрмян; М.А. Азаканян; А.А. Григорян

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН И В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 февраля 1978 г. № 415

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 199—68**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	3.8.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.4.1, 3.6, 3.8.1, 3.11а.1
ГОСТ 3117—78	3.8.1
ГОСТ 3118—77	3.4.1, 3.9
ГОСТ 3760—79	3.8.1, 3.9
ГОСТ 3770—75	3.8.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4212—76	3.8.1, 3,10.1, 3.11.1, 3.11а.1
ГОСТ 4328—77	3.4.1, 3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 4517—87	3.4.1, 3.8.1
ГОСТ 4919.1—77	3.4.1, 3.5
ГОСТ 5457—75	3.11а.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.11а.1
ГОСТ 10485—75	3.12
ГОСТ 10555—75	3.9
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.6—74	3.6
ГОСТ 10671.7—74	3.7

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 14192—77	4 1
ГОСТ 14261—77	3 11а 1
ГОСТ 17319—76	3 13
ГОСТ 17444—76	3 2
ГОСТ 22001—87	3 11а 4, 3 11а 5
ГОСТ 25336—82	3 3 1, 3 4 1, 3 8 1, 3 10 1, 3 11 1
ГОСТ 25794 1—83	3 4 1, 3 10 1
ГОСТ 27025—86	3 2а

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1988 г., марте 1994 г. (ИУС 6—88, 2—95)

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *Н И Гавришук*
Компьютерная верстка *С В Рябовой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 18 03 97 Подписано в печать 10 04 97
Усл печ л 1,63 Уч -изд л 1,37 Тираж 267 экз С421 Зак 297

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

gost.e-ecolog.ru