МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОСНОВНОГО ВЕЩЕСТВА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 54-41:543.06:006.354 Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы и особо чистые вещества

КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОСНОВНОГО ВЕЩЕСТВА

ГОСТ 10398—76

Reagents and super pure substances. Complexonometric method for determination of basic matter content

ОКСТУ 2609[1)]

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и особо чистые вещества (далее — продукты) и устанавливает комплексонометрический метод определения содержания основного вещества в соединениях, в состав которых входят следующие элементы:

алюминий,	кадмий,	молибден (VI),
барий,	кальций,	никель,
ванадий (V),	кобальт,	свинец,
висмут,	лантан,	скандий,
галлий,	магний,	стронций,
железо (III),	марганец (II),	титан (IV),
индий,	медь,	цинк,
		цирконий.

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислотой.

При этом различные элементы, независимо от валентности, реагируют с ди-Na-ЭДТА в молярном соотношении 1:1, за исключением молибдена, который реагирует с ди-Na-ЭДТА в молярном соотношении 2:1, и циркония, который, в зависимости от условий, может давать соединения 1:1 и 2:1.

Настоящий стандарт предусматривает два типа комплексонометрического титрования: прямое и обратное.

Эквивалентную точку при титровании определяют с помощью соответствующего индикатора. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Массу навески анализируемого продукта (m) в граммах вычисляют по формуле

$$m = \frac{M \cdot C \cdot (27 \pm 2)}{n \cdot 1000},$$

где M — относительная молекулярная масса анализируемого продукта, г;

n — количество атомов определяемого элемента в молекуле анализируемого продукта;

C — концентрация применяемого раствора ди-Na-ЭДТА (0,05 или 0,01 моль/дм^3);

(27±2) — примерный объем раствора ди-Na-ЭДТА, необходимый для титрования навески продукта, см^3.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

[1)] См. примечание ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» (с. 16).

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 2002
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

1.1а. При проведении анализа должны соблюдаться требования ГОСТ 27025.

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

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

1.2. При определении соединений с неопределенным составом (некоторые гидроокиси, кристаллогидраты, основные карбонаты), когда нормируется массовая доля части определяемого соединения или металла (катиона), массу навески (m_1) в граммах вычисляют по формуле

$$m_1 = \frac{A \cdot C \cdot (27 \pm 2) \cdot 100}{b \cdot n \cdot 1000},$$

где A — относительная атомная масса определяемого элемента или относительная молекулярная масса определяемой части соединения, г;

C — концентрация применяемого для титрования раствора ди-Na-ЭДТА (0,05 или 0,01 моль/дм^3);

b — норма массовой доли определяемого элемента или части соединения, %;

n — количество атомов элемента, входящих в определяемую часть соединения;

(27±2) — примерный объем раствора ди-Na-ЭДТА, необходимый для титрования навески продукта, см^3.

1.1—1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

1.3. Массу навески анализируемого продукта взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака в стаканчике для взвешивания. Труднорастворимые продукты предварительно тщательно растирают в агатовой или яшмовой ступке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.4. Рассчитанную навеску растворимых в воде продуктов растворяют в 70—80 см^3 воды и проводят анализ по разд. 4.

Когда необходима дополнительная предварительная обработка анализируемого продукта, ее проводят по приложению 2.

При отсутствии дополнительных указаний в приложении 2, а также при анализе сильных комплексообразователей предварительная обработка должна быть указана в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.

1.5. Доведение pH анализируемых растворов до требуемого значения проводят на универсальном иономере в отдельной пробе, измеряя объем реактива, необходимый для установления заданного значения pH. Полученный объем реактива прибавляют в анализируемый раствор и далее определение проводят в соответствии с разд. 4.

Допускается в нормативно-технической документации на анализируемый продукт указывать способ проверки pH.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.6. Для приготовления титрованных, буферных и вспомогательных растворов массу навески взвешивают в граммах с точностью до второго десятичного знака. Приготовленные растворы тщательно перемешивают. Коэффициент поправки титрованных растворов должен быть в пределах 0,95—1,05. Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертой значащей цифры после запятой и проверяют не реже одного раза в месяц. pH буферных растворов проверяют на универсальном иономере и при необходимости прибавляют кислоту, щелочь или водный аммиак для достижения соответствующего pH.

1.7. Массу навески индикаторов для приготовления растворов или индикаторных смесей взвешивают в граммах с точностью до третьего десятичного знака.

Растворы индикаторов готовят по ГОСТ 4919.1.

Индикаторные смеси готовят следующим образом: 0,250 г индикатора растирают в ступке с 25 г хлористого натрия или хлористого калия, или азотнокислого калия, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г.

1.8. Титрование проводят с использованием бюретки вместимостью 50 см^3 в конических колбах вместимостью от 250 до 750 см^3.

Объемы титрованных растворов, а также аликвотную часть анализируемых растворов отмеривают с помощью пипеток или бюреток.

Объемы растворов индикаторов отмеряют пипетками, объемы растворов реактивов — пипетками или цилиндрами, объемы воды — цилиндрами или мензурками.

1.6—1.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1.9. При установке коэффициента поправки титрованных растворов и в других случаях, когда требуется титрование с объемом капли 0,01—0,02 $см^3$, на бюретку надевают наконечник из полиэтиленовой трубки с оттянутым капиллярным концом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.10. **(Исключен, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, ИНДИКАТОРЫ И БУФЕРНЫЕ РАСТВОРЫ

2.1. Реактивы и растворы

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

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

Колба Кн-2—250—34 ТХС, Кн-2—500—40 ТХС и Кн-2—750—50 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 1(2)—100—2, 1(2)—250—2 и 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Мензурки по ГОСТ 1770.

Пипетки.

Стаканы из термически и химически стойкого стекла группы ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Тигли кварцевые по ГОСТ 19908.

Чашка типа ЧВК по ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные по ГОСТ 9147.

Чашки из платины по ГОСТ 6563.

Цилиндры по ГОСТ 1770.

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий углекислоты; готовят по ГОСТ 4517. Соответствующим разбавлением готовят растворы с массовой долей 10 %, 1:5 и 1:1.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (ди-Na-ЭДТА) по ГОСТ 10652, растворы концентраций c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ и c (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/$дм^3$.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456, раствор концентрации c 1/3 ($3CdSO_4 \cdot 8H_2O$) = = 0,05 моль/$дм^3$; готовят следующим образом: 12,82 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в воде, прибавляют 0,1 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 16 %, доводят водой до метки и перемешивают.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363 и раствор концентрации 1 моль/$дм^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная, раствор 1:1 и раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота борная по ГОСТ 9656, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и растворы 1:1 и с массовой долей 16 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная, растворы 1:1 и с массовой долей 3,5 и 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная, растворы 1:10 и с массовой долей 6 %.

Натрия гидроокись, раствор с массовой долей 50 %, не содержащий карбонатов; готовят по ГОСТ 4517. Соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой долей 4 %.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, раствор концентрации c ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) = 0,05 моль/$дм^3$.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199 и раствор концентрации c ($NaCH_3COO \cdot 3H_2O$) =1 моль/дм^3 (1 н.).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1,5—2 %.

Смесь кислот азотной и соляной в отношении 1:3.

Спирт этиловый, ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Уротропин фармакопейный, сухой и раствор с массовой долей 20 %.

Цинк по ГОСТ 3640 (марки ЦВ и ЦО в чушках).

Соль цинка, раствор концентрации точно 0,05 моль/дм^3; готовят по п. 3.1.1 настоящего стандарта (для определения коэффициента поправки раствора ди-Na-ЭДТА).

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, раствор концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = = 0,05 моль/дм^3; готовят по п. 3.1.5 настоящего стандарта.

2.2. Индикаторы

Бериллон II, раствор с массовой долей 0,05 %, годен в течение 30 сут.

Бумага индикаторная универсальная для определения pH.

Бумага индикаторная «конго».

Бумага индикаторная лакмусовая нейтральная.

Вариаминовый синий Б, индикаторная смесь.

Глицинтимоловый синий, индикаторная смесь, хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Кальцеин, раствор с массовой долей 0,1 %, годен в течение 7 сут; индикаторная смесь, хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Кальмагит, индикаторная смесь.

Кальцион, раствор с массовой долей 0,1 %, годен в течение 30 сут.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 10 %.

Ксиленоловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %, годен в течение 14 сут; индикаторная смесь, хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Метилтимоловый синий, индикаторная смесь, хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Мурексид, индикаторная смесь; хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

ПАР [4-(2-пиридилазо)-резорцин], раствор с массовой долей 0,1 %.

Пирокатехиновый фиолетовый, раствор с массовой долей 0,1 %, годен в течение 30 сут; индикаторная смесь, хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Сульфарсазен, раствор с массовой долей 0,05 % в растворе 10-водного тетраборнокислого натрия концентрации 0,05 моль/дм^3, годен в течение 30 сут.

ТАР [4-(2-тиазолилазо)-резорцин], раствор с массовой долей 0,1 %.

1-(1-окси-2-нафтилазо)-6—нитро-2-нафтол-4 — сульфокислоты натриевая соль (эриохром черный Т), индикаторная смесь, хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Фталеиновый пурпуровый (фталеинкомплексон, крезолфталексон), раствор с массовой долей 0,5 %.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2.3. Буферные растворы

Буферный раствор I (pH 9,5—10,0); готовят следующим образом: 70 г хлористого аммония растворяют в 250—300 см^3 воды, прибавляют 250 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % и затем доводят объем раствора водой до 1 дм^3.

Буферный раствор II (pH 5,5—6,0); готовят следующим образом: 550 г 3-водного уксуснокислого натрия растворяют в горячей воде, доводят объем раствора водой до 1 дм^3, при необходимости фильтруют и прибавляют 10 см^3 концентрированной уксусной кислоты.

Буферный раствор III (pH 3); готовят следующим образом: 26,5 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % смешивают с 45 см^3 муравьиной кислоты и доливают объем раствора водой до 1 дм^3.

Буферный раствор IV (pH 2); готовят следующим образом: 200 см^3 раствора 3-водного уксуснокислого натрия с массовой долей 13,5 % и 210 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 % смешивают и доливают объем раствора водой до 1 дм^3.

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление титрованных растворов

3.1.1. Раствор соли цинка концентрации точно 0,05 моль/дм^3 (для установки коэффициента поправки раствора ди-Na-ЭДТА) готовят следующим образом: предварительно свежеочищенный стальным ножом от окиси цинк измельчают в стружку и сразу же 3,2690 г цинка помещают в фарфоровую чашку или в стакан и растворяют при медленном нагревании на водяной бане в смеси 100 см^3 воды и 15 см^3 концентрированной азотной или соляной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом или чашкой. Затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до 3—4 см^3. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем раствора водой до метки; раствор годен в течение 30 сут.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1.2. Раствор ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 готовят следующим образом: 18,62 г ди-Na-ЭДТА помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор ди-Na-ЭДТА концентрации 0,01 моль/дм^3 готовят точным разбавлением водой раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3.

Растворы хранят в полиэтиленовых или стеклянных, парафинированных изнутри сосудах.

Ди-Na-ЭДТА испытывают на пригодность для титрования следующим образом: 25 см^3 раствора сернокислого кадмия концентрации 0,05 моль/дм^3 помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см^3 буферного раствора I и 70 см^3 воды. К раствору прибавляют 0,4 см^3 раствора сульфарсазена и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода розовой окраски в лимонно-желтую.

Раствор ди-Na-ЭДТА считают пригодным для комплексонометрического титрования, если четкий переход окраски будет наблюдаться не более чем от двух капель раствора ди-Na-ЭДТА.

Если переход окраски нечеткий (более двух капель раствора ди-Na-ЭДТА) или недостаточно заметен, для анализа используют другую партию индикатора. Если после замены партии индикатора переход окраски нечеток, то используют для приготовления раствора ди-Na-ЭДТА другую партию ди-Na-ЭДТА.

Коэффициент поправки для раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 определяют по раствору соли цинка следующим образом: 25 см^3 раствора соли цинка концентрации точно 0,05 моль/дм^3 помещают в коническую колбу, прибавляют 70 см^3 воды, 5 см^3 буферного раствора I, 0,4 см^3 раствора сульфарсазена или около 1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т. Раствор перемешивают и титруют из бюретки (с наконечником, п. 1.9) раствором ди-Na-ЭДТА до перехода оранжево-розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении сульфарсазена) или фиолетово-красной окраски в синюю (при применении эриохрома черного Т).

Коэффициент поправки для раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V},$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3.

Коэффициент поправки для раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,01 моль/дм^3 (K') вычисляют, внося в коэффициент поправки раствора концентрации 0,05 моль/дм^3 (K) поправку на объем посуды, применяемой при разбавлении.

Примечание. Для определения коэффициента поправки раствора ди-Na-ЭДТА допускается применение другого металла или его соединения, а также применение других индикаторов при других значениях pH растворов.

В этом случае условия определения коэффициента поправки должны быть приведены в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.

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

3.1.3, 3.1.4. **(Исключены, Изм. № 1).**

3.1.5. Раствор 7-водного сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3 готовят следующим образом: 14,38 г 7-водного сернокислого цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3,

добавляют 1 см^3 концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Коэффициент поправки раствора определяют следующим образом: 25 см^3 раствора 7-водного сернокислого цинка помещают в коническую колбу, прибавляют около 70 см^3 воды, 5 см^3 буферного раствора I, 0,4 см^3 раствора сульфарсазена или около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода оранжевато-розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении сульфарсазена) или фиолетовой окраски раствора в синюю (при применении эриохрома черного Т).

Коэффициент поправки раствора 7-водного сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3 (K_3) вычисляют по формуле

$$K_3 = \frac{V \cdot K}{25},$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Соединения алюминия

Раствор (pH 2,5—3,0), содержащий навеску соединения алюминия, соответствующую 40—43 мг Al, помещают в коническую колбу, прибавляют 40 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, 15 см^3 буферного раствора II и кипятят 5 мин, после чего раствор охлаждают, прибавляют 0,3 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в устойчивую розово-фиолетовую.

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

4.2. Соединения бария

Раствор, содержащий навеску соединения бария, соответствующую 190—220 мг Ba, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют из бюретки 20—22 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, 6 см^3 раствора гидроокиси калия (до pH 12,2—12,3), 1 см^3 раствора кальцеина или около 0,1 г индикаторной смеси кальцеина и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до резкого снижения интенсивности желтовато-зеленой флуоресценции с установлением постоянного остаточного свечения, наблюдаемого при освещении ультрафиолетовыми лучами, либо при дневном освещении на черном фоне (розовая окраска со слабой зеленоватой флуоресценцией).

Допускается также проводить титрование в присутствии индикаторной смеси метилтимолового синего.

4.3. Соединения ванадия

Навеску соединения ванадия, соответствующую 90—100 мг V, растворяют в 4 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % при нагревании до кипения в стакане, накрытом часовым стеклом или чашкой; после этого стекло смывают водой, собирая ее в тот же стакан.

Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % (до pH 5), прибавляют 10 см^3 буферного раствора II, кипятят 5 мин, охлаждают, прибавляют около 70 см^3 воды, прибавляют 0,4 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси пирокатехинового фиолетового и титруют из бюретки с наконечником (см. п. 1.9) раствором 7-водного сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3 до начала изменения лимонно-желтой окраски раствора.

4.4. Соединения висмута

Навеску соединения висмута, соответствующую 260—270 мг Bi, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 4,5 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и доводят объем раствора водой до метки.

25 см^3 полученного раствора (pH 1,4—1,6) помещают в коническую колбу, прибавляют около 75 см^3 воды, прибавляют 0,2 см^3 раствора ксиленолового оранжевого или 0,3 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси пирокатехинового фиолетового и титруют из бюретки раствором ди-Na-

ЭДТА концентрации 0,01 моль/дм^3 до перехода розовой (при применении ксиленолового оранжевого) в лимонно-желтую или синей (при применении пирокатехинового фиолетового) окраски раствора в желтую.

4.5. Соединения галлия

Раствор, содержащий навеску соединения галлия, соответствующую 85—90 мг Ga, помещают в коническую колбу, добавляют воду до 100 см^3 и прибавляют из бюретки 30 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3. Затем прибавляют по каплям при постоянном перемешивании раствор аммиака 1:1 (до pH 5), 10 см^3 буферного раствора II, кипятят 5 мин, охлаждают, прибавляют 0,3 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3 до первого изменения желтой окраски раствора.

4.6. Соединения железа (III)

Раствор, содержащий навеску соединения железа, соответствующую 80—90 мг Fe и 9 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 %, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 200 см^3 (pH около 1,5) и прибавляют 1 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты. Раствор нагревают до 60—70 °С и, не охлаждая, титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода темно-вишневой окраски раствора в желтую. Окраску титруемого раствора сравнивают с окраской предварительно перетитрованного анализируемого раствора.

Примечание. Допускается проводить титрование в присутствии индикатора вариаминового синего Б. При этом к 100 см^3 раствора, содержащего 50—60 мг Fe, добавляют 5 см^3 буферного раствора III и нагревают на водяной бане до 50 °С, затем добавляют 30—50 мг индикаторной смеси вариаминового синего Б и титруют раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода синей окраски раствора через фиолетовую в желтую.

4.7. Соединения индия

Раствор, содержащий навеску соединения индия, соответствующую 140—150 мг In и 0,15 см^3 раствора азотной кислоты 1:1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см^3 буферного раствора III, 0,5 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,01 моль/дм^3 до перехода красной или фиолетово-красной окраски раствора в лимонно-желтую.

Окраску титруемого раствора сравнивают с окраской предварительно перетитрованного анализируемого раствора.

4.8. Соединения кадмия

Раствор, содержащий навеску соединения кадмия, соответствующую 160—180 мг Cd, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 5 см^3 буферного раствора I, 0,4 см^3 раствора сульфарсазена или около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении сульфарсазена) или красно-фиолетовой окраски в синюю (при применении эриохрома черного Т).

Допускается проводить титрование в присутствии индикаторной смеси метилтимолового синего.

4.2—4.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.9. Соединения кальция

Раствор, содержащий навеску соединений кальция, соответствующую 55—65 мг Ca, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации 1 моль/дм^3 (до pH 12), 0,5 см^3 раствора кальциона и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода розовой окраски в синюю.

Допускается также проводить титрование в присутствии 1 см^3 раствора кальцеина, индикаторных смесей метилтимолового синего или мурексида.

Титрование с кальцеином

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см^3 воды, прибавляют из бюретки 25 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, 6 см^3 раствора гидроокиси калия, 1 см^3 раствора кальцеина и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до резкого снижения интенсивности желтовато-зеленой флуоресценции и установления постоянного остаточного свечения, наблюдаемого при освещении ультрафиолетовым светом или при дневном свете на черном фоне (розовая окраска со слабой зеленоватой флуоресценцией).

Титрование с метилтимоловым синим или мурексидом

Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 буферного раствора I, 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего или мурексида и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода синей окраски раствора в серую (при применении индикатора метилтимолового синего) или оранжевой окраски в сине-фиолетовую (при применении индикатора мурексида).

Навеску фосфата кальция, помещенную в коническую колбу, растворяют в 0,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, добавляют 100 см^3 воды, прибавляют из бюретки рассчитанный объем раствора ди-Na-ЭДТА, 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего, прибавляют при необходимости раствор аммиака с массовой долей 25 % до синей окраски, прибавляют 5 см^3 буферного раствора I и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до перехода синей окраски раствора в серую.

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

4.10. Соединения кобальта

Раствор, содержащий навеску соединения кобальта, соответствующую 82—95 мг Co, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3 и нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют 5 см^3 буферного раствора II, 0,3 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода фиолетовой окраски раствора в оранжевую (при определении кобальтинитрита натрия — красновато-фиолетовой окраски раствора в розово-оранжевую).

4.11. Соединения лантана

Раствор, содержащий навеску соединения лантана, соответствующий 170—200 мг La, помещают в коническую колбу, прибавляют из бюретки 20 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, 3 г сухого уротропина, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 0,5 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до первого изменения красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

4.10, 4.11. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.12. Соединения магния

Раствор, содержащий навеску соединения магния, соответствующую 33—38 мг Mg, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 5 см^3 буферного раствора I, около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т или 0,5 см^3 раствора бериллона II и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода красновато-фиолетовой окраски раствора в синюю (при применении эриохрома черного Т) или синей окраски в фиолетовую (при применении бериллона II).

Раствор, содержащий навеску фосфата магния, титруют с эриохромом черным Т, сначала прибавляя из бюретки раствор ди-Na-ЭДТА до начала перехода окраски раствора от красно-фиолетовой к синей, затем прибавляют буферный раствор I и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до перехода окраски раствора от красно-фиолетовой в синюю.

Допускается проводить титрование в присутствии индикатора метилтимолового синего. При этом навеску растворяют в 100 см^3 воды, добавляют 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего и раствор аммиака с массовой долей 10 % до появления синей окраски раствора (pH около 8), нагревают до 60 °С и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до изменения синей окраски раствора в серую.

Допускается проводить титрование в присутствии индикаторной смеси кальмагита.

4.13. Соединения марганца

Раствор, содержащий навеску соединения марганца, соответствующий 72—82 мг Mn, помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, из бюретки 20 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, доводят объем раствора водой до 100 см^3 и перемешивают. Затем прибавляют 5 см^3 буферного раствора I и около 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего. После перемешивания раствор тотчас же дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до перехода синей окраски раствора в серую.

Допускается проводить титрование в присутствии индикатора эриохрома черного Т. При этом навеску растворяют в 50 см^3 воды, добавляют 5 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида, 5 см^3 буферного раствора I, прибавляют из бюретки по каплям при перемешивании 50 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 и нагревают раствор до 40 °С. Прибавляют 0,1 г индика-

торной смеси эриохрома черного Т и оттитровывают из бюретки избыток раствора ди-Na-ЭДТА раствором сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3 до изменения синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

4.14. Соединения меди

Раствор, содержащий навеску соединения меди, соответствующую 20—25 мг Cu, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 5 см^3 буферного раствора II, 0,1 г индикаторной смеси глицинтимолового синего и титруют из бюретки с наконечником (п. 1.9) раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода интенсивно синей окраски раствора в желтовато-зеленую.

Допускается проведение титрования в присутствии индикаторов ТАР и ПАР. Для этого 100 см^3 раствора, содержащего 50—60 мг Cu, помещают в коническую колбу, прибавляют 0,2 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, 0,1 см^3 раствора индикатора ТАР или ПАР, 3 см^3 раствора уротропина (pH 5—6) и титруют раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода фиолетовой окраски раствора в желто-зеленую (при применении индикатора ТАР) или желто-красной окраски в зеленую (при применении индикатора ПАР).

4.12—4.14. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

4.15. Соединения молибдена

Нейтральный раствор, содержащий 80—100 мг Mo, помещают в коническую колбу, прибавляют из бюретки избыточный объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, 2—3 г гидразина сернокислого и 2 см^3 раствора серной кислоты 1:1. Раствор нагревают до кипения, кипятят 5 мин и охлаждают до комнатной температуры. Прибавляют около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и раствор нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 % до появления зеленой окраски. После нейтрализации раствора добавляют буферный раствор I (в расчете по 2 см^3 на каждые 100 см^3 раствора) и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка до перехода зеленой окраски в красно-коричневую.

4.16. Соединения никеля

Раствор, содержащий навеску соединения никеля, соответствующую 82—93 мг Ni, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 10 см^3 буферного раствора I, около 0,1 г индикаторной смеси мурексида или 0,4 см^3 раствора сульфарсазена и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода желтой окраски раствора в сине-фиолетовую (при применении мурексида) или розовато-фиолетовой в зеленую (при применении сульфарсазена).

4.17. Соединения свинца

Раствор, содержащий навеску соединения свинца, соответствующую 290—330 мг Pb, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 10 см^3 буферного раствора II, 1 см^3 раствора ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода фиолетово-красной окраски раствора в лимонно-желтую.

Допускается применять в качестве буферного раствора раствор уротропина. При этом определение проводят следующим образом: раствор, содержащий 290—330 мг Pb, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 120 см^3, прибавляют 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и раствор уротропина до появления яркой фиолетово-красной окраски. Далее титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до желтой окраски.

Конец титрования проверяют добавлением 1 см^3 раствора уротропина. При появлении красно-фиолетовой окраски раствор дотитровывают до желтой окраски. Если по мере прибавления раствора уротропина происходит помутнение, то добавление раствора уротропина проводят по 1 см^3 до растворения осадка перед началом титрования.

4.18. Соединения скандия

Раствор, содержащий навеску соединения скандия, соответствующую 60—70 мг Sc, разбавляют водой до 100 см^3, нейтрализуют раствором аммиака (1:5) до фиолетовой окраски индикаторной бумаги «конго», прибавляют 10 см^3 буферного раствора IV, 0,5 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в лимонно-желтую.

4.15—4.18. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.19. Соединения стронция

Раствор, содержащий навеску соединения стронция, соответствующую 120—140 мг Sr, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют из бюретки 20 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, 5 см^3 раствора гидроокиси натрия (до pH 12), около 0,1 г

индикаторной смеси метилтимолового синего и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до перехода синей окраски раствора в серую или розово-фиолетовую.

Допускается проводить титрование в присутствии индикатора фталеинового пурпурового. При этом раствор, содержащий навеску соединения стронция, соответствующую 100—120 мг Sr, разбавляют водой до 100 см^3, добавляют 100 см^3 этилового спирта, 10 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % (до pH 10—11), 0,5 см^3 раствора фталеинового пурпурового, перемешивают и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода фиолетовой окраски раствора в бледно-розовую или до обесцвечивания.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.20. Соединения титана

Навеску соединения титана, соответствующую 100—120 мг Ti, помещают в стакан вместимостью 100 см^3, прибавляют 2,5 г сернокислого аммония, 5,5 см^3 концентрированной серной кислоты и, накрыв стакан часовым стеклом или чашкой, интенсивно нагревают на электрической плитке до полного растворения. Затем содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, осторожно (во избежание разбрызгивания), смывая стенки стакана водой, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (первую порцию воды в мерную колбу прибавляют также осторожно, по стенкам колбы).

25 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора водой до 200 см^3, прибавляют 2 см^3 пероксида водорода, выдерживают в течение 15 мин, прибавляют из бюретки 20 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 и снова выдерживают в течение 30 мин. Затем к раствору прибавляют 15 г уротропина, 1 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/дм^3 до начала изменения оранжевато-желтой окраски раствора.

4.21. Соединения цинка

Раствор, содержащий навеску соединения цинка, соответствующую 90—105 мг Zn, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 100 см^3, прибавляют 5 см^3 буферного раствора I, 0,4 см^3 раствора сульфарсазена или около 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода оранжевато-розовой окраски раствора в лимонно-желтую (при применении сульфарсазена) или красно-фиолетовой в синюю (при применении эриохрома черного Т).

Допускается проводить титрование в присутствии индикаторной смеси кальмагита.

4.20, 4.21. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.22. Соединения циркония

К раствору, содержащему навеску соединения циркония, соответствующую 100—105 мг Zr, помещают в стакан вместимостью 100 см^3, прибавляют 14 см^3 концентрированной соляной кислоты, кипятят 15 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

15 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют около 85 см^3 воды (pH около 1), 0,5 см^3 раствора или около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,01 моль/дм^3 со скоростью 20—30 капель в минуту до ослабления малиновой окраски раствора, а затем со скоростью 1—2 капли в минуту до перехода окраски в желтую. Титрование рекомендуется проводить при охлаждении до 0 °С.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю основного вещества в анализируемом продукте (X) в процентах вычисляют по формулам:

при прямом титровании

$$X = \frac{V \cdot A \cdot 100}{m};$$

при обратном титровании

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot A \cdot 100}{m};$$

при титровании аликвотной части раствора

$$X = \frac{V \cdot A \cdot V_2 \cdot 100}{V_3 \cdot m},$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 или 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование или взятый для определения, см^3;

V_1 — объем раствора соли цинка концентрации точно 0,05 или 0,01 моль/дм^3, израсходованный на обратное титрование, см^3;

V_2 — общий объем раствора анализируемого продукта, см^3;

V_3 — объем аликвотной части раствора анализируемого продукта, см^3;

n — отношение числа атомов осадителя к числу атомов определяемого элемента в осадке;

A — масса основного вещества в анализируемом продукте, соответствующая 1 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 или 0,01 моль/дм^3, г;

m — масса навески продукта, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2—0,5 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±(0,4±0,7) % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

В нормативно-технической документации на продукцию указывают допускаемые расхождения между результатами параллельных определений и допускаемую суммарную погрешность результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1. **(Исключено, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ И АНАЛИЗ ОТДЕЛЬНЫХ ТРУДНОРАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ ПРЕПАРАТОВ

1. **Фтористый алюминий.** Навеску препарата помещают в платиновую чашку, прибавляют 2 г пиросернокислого калия, чашку помещают в электрическую печь, предварительно нагретую до 200 °С, и постепенно повышают температуру до (650±50) °С, доводя до полного удаления паров серной кислоты.

Плав охлаждают, растворяют в воде при нагревании, количественно переносят в коническую колбу и проводят анализ по п. 4.1 настоящего стандарта.

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

2. **Бария, кальция, магния, стронция окись, гидроокись и карбонаты.** Навеску помещают в стакан или коническую колбу, растворяют в 1—2 $см^3$ воды и 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (карбонаты при нагревании в стакане накрывают часовым стеклом или чашкой). Растворы количественно переносят в коническую колбу и проводят анализ в соответствии с пп. 4.2, 4.9, 4.12, 4.19 настоящего стандарта.

3. **Фтористый барий.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют, нагревая, последовательно прибавляют 3 $см^3$ раствора борной кислоты и 1 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %. К раствору прибавляют около 80 $см^3$ воды, из бюретки прибавляют 20 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/$дм^3$, 15 $см^3$ раствора гидроокиси калия, около 0,1 г индикаторной смеси кальцеина и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА по п. 4.2 настоящего стандарта.

3а. **Висмут хлористый и оксихлорид висмута.** Растворы помещают в коническую колбу.

Для удаления хлоридов к раствору хлористого висмута прибавляют 35 $см^3$, а к раствору оксихлорида висмута — 15 $см^3$ раствора азотнокислого серебра. Раствор с осадком выдерживают 10 мин в темном месте, периодически перемешивая, разбавляют водой до 100 $см^3$ и титруют, как указано в п. 4.4.

4. **Пятиокись ванадия и мета ванадиевокислый аммоний.** Подготовку продукта и анализ проводят в соответствии с п. 4.3 настоящего стандарта.

5. **Азотнокислый висмут и окись висмута.** Подготовку продукта и анализ проводят в соответствии с п. 4.4 настоящего стандарта.

6. **Окись и гидроокись железа.** Навеску растворяют в смеси 1,2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 2—3 $см^3$ воды при нагревании до кипения в стакане, накрытом часовым стеклом или чашкой, после чего стекло смывают водой, собирая ее в тот же стакан. Раствор количественно переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, объем раствора доводят водой до 200 $см^3$ и проводят анализ по п. 4.6 настоящего стандарта.

7. **Окись индия.** Навеску помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 1,5 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) и слабо нагревают до растворения. Затем прибавляют 0,6 $см^3$ раствора аммиака (1:1), раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, объем доводят водой до метки и проводят анализ по п. 4.7 настоящего стандарта.

8. **Кадмий, кобальт, марганец, никель углекислые.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют, нагревая на водяной бане, в 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и 2—3 $см^3$ воды, доводят объем раствора водой до 100 $см^3$ и проводят анализ по пп. 4.8, 4.10, 4.13, 4.16 настоящего стандарта.

9. **Сернокислый кальций.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 200 $см^3$ воды при энергичном взбалтывании и растирании нерастворившегося продукта стеклянной палочкой. При необходимости раствор нагревают. К полученному раствору прибавляют 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, концентрации 1 моль/$дм^3$, 1 $см^3$ раствора кальциона и проводят анализ по п. 4.9 настоящего стандарта.

10. **Фтористый кальций.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют, нагревая и последовательно прибавляя 5 $см^3$ раствора борной кислоты и 2 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, прибавляют около 45 $см^3$ воды, прибавляют из бюретки 25 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/$дм^3$, 30 $см^3$ раствора гидроокиси натрия (pH 12), 1 $см^3$ раствора флуорексона и дотитровывают тем же раствором ди-Na-ЭДТА до резкого снижения интенсивности желтовато-зеленой флуоресценции раствора с установлением постоянного остаточного свечения, наблюдаемого при освещении ультрафиолетовыми лучами. Титрование допускается проводить и при дневном освещении на черном фоне.

Допускается также проводить титрование в присутствии индикаторной смеси метилтимолового синего.

2—10. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

11. **Окись кобальта.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 9 $см^3$ смеси концентрированных азотной и соляной кислот (1:3), нагревая на водяной бане. При этом колбу накрывают часовым стеклом или чашкой. Стекло смывают водой, прибавляют около 90 $см^3$ воды, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге и проводят анализ в соответствии с п. 4.10 настоящего стандарта.

Примечание. Допускается проводить разложение азотной и серной кислотами. При этом навеску помещают в выпарительную чашку и растворяют при нагревании в 1 $см^3$ смеси концентрированных азотной

и соляной кислот (1:3) и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 1 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 16 % и продолжают нагревание до удаления паров. Затем растворяют остаток при нагревании на водяной бане в 10—15 $см^3$ воды и раствор количественно переносят в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 100 $см^3$, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге (проба на вынос) и далее проводят анализ в соответствии с п. 4.10 настоящего стандарта.

12. **Метафосфорнокислый лантан.** В стеклоуглеродный или кварцевый тигель вместимостью 50 $см^3$ помещают 5—7 гранул гидроокиси калия, смачивают 1—2 каплями воды и осторожно расплавляют в электрической печи, нагретой до 300 °С. По охлаждении в тигель вносят навеску продукта, прибавляют еще 3—4 гранулы гидроокиси калия и нагревают, изредка перемешивая, при той же температуре, до полного сплавления. После охлаждения плав выщелачивают водой, количественно переводят в коническую колбу и прибавляют постепенно, по каплям, концентрированный раствор соляной кислоты до полного растворения и проводят анализ по п. 4.11 настоящего стандарта.

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

13. **Фтористый магний.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 5 $см^3$ раствора борной кислоты и 5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, нагревают до растворения, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге, прибавляют около 90 $см^3$ воды и проводят анализ в соответствии с п. 4.12 настоящего стандарта.

Примечание. Допускается проводить разложение серной кислотой. При этом навеску препарата помещают в платиновую чашку, прибавляют 3 $см^3$ концентрированной серной кислоты и выпаривают на песчаной бане до полного удаления паров серной кислоты. Затем тщательно смывают стенки чашки 2 $см^3$ раствора борной кислоты, прибавляют 5 $см^3$ той же серной кислоты и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют при нагревании в 15—20 $см^3$ воды, раствор охлаждают, количественно переносят водой в коническую колбу, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10 % по лакмусовой бумаге, доводят объем водой до 100 $см^3$ и проводят анализ по п. 4.12 настоящего стандарта.

14. **Окись никеля.** Навеску растворяют в 10 $см^3$ воды и 2 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, нагревая до кипения в стакане, накрытом часовым стеклом или чашкой, после чего раствор количественно переносят в коническую колбу, прибавляют около 90 $см^3$ воды и проводят анализ в соответствии с п. 4.16 настоящего стандарта.

15. **Сернокислый свинец, свинец серноватистокислый.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 50 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/$дм^3$, прибавляя его из бюретки и энергично перемешивая в течение 10 мин, затем прибавляют 10 $см^3$ буферного раствора I, 0,4 $см^3$ раствора сульфарсазена и титруют раствором 7-водного сернокислого цинка концентрации 0,05 моль/$дм^3$ до первого изменения лимонно-желтой окраски в оранжевую.

13—15. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

16. **Окись свинца (II).** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют при нагревании в 20 $см^3$ раствора уксусной кислоты (1:10), объем раствора доводят водой до 100 $см^3$ и проводят анализ по п. 4.17 настоящего стандарта.

Примечание. Допускается проводить разложение азотной кислотой. При этом навеску растворяют в 0,5 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, объем раствора доводят водой до 100 $см^3$ и далее проводят анализ в соответствии с п. 4.17 настоящего стандарта.

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

16а. **Окись свинца (IV).** Навеску помещают в выпарительную чашку, смачивают несколькими каплями пероксида водорода, растворяют при нагревании в 0,5 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 2—3 $см^3$ воды, раствор выпаривают досуха. Остаток растворяют в воде, переносят количественно в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 100 $см^3$ и перемешивают. Далее проводят анализ в соответствии с п. 4.17 настоящего стандарта.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

17. **Углекислый свинец.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 0,6 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 3—4 $см^3$ воды, раствор охлаждают, прибавляют около 100 $см^3$ воды и проводят анализ в соответствии с п. 4.17 настоящего стандарта.

18. **Хлористый свинец.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 50 $см^3$ воды, при нагревании раствор охлаждают, доводят объем водой до 100 $см^3$ и проводят анализ по п. 4.17 настоящего стандарта.

19. **Азотнокислый скандий, скандий-аммоний углекислый, уксуснокислый скандий, хлористый скандий.** Навеску помещают в коническую колбу, растворяют в 50 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 %, прибавляют около 50 $см^3$ воды и проводят анализ в соответствии с п. 4.18 настоящего стандарта.

Во избежание разбрызгивания и потерь при растворении скандия-аммония углекислого, раствор соляной кислоты прибавляют осторожно, предварительно смочив продукт 1—2 $см^3$ воды.

17—19. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

20. **Сернокислый скандий.** Навеску (около 0,2000 г) помещают в коническую колбу (или стакан),

растворяют в 50 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 %. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят его объем водой до метки и перемешивают.

10 $см^3$ полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу, нейтрализуют раствором аммиака (1:5) до фиолетовой окраски индикаторной бумаги «конго», прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора IV, 0,3 $см^3$ раствора ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации 0,01 моль/$дм^3$ до перехода малиновой окраски раствора в лимонно-желтую.

21. **Фтористый скандий.** Навеску (около 0,1000 г) тщательно смачивают в платиновом тигле концентрированной серной кислотой, осторожно подсушивают, а затем нагревают на песчаной бане до удаления паров серной кислоты. Операцию повторяют, после чего тигель помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 800—900 °С в течение 10—15 мин. Затем тигель помещают в стакан, содержащий 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом или чашкой и кипятят до растворения содержимого тигля. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 $см^3$ полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу и далее проводят определение в соответствии с п. 20 настоящего приложения.

22. **Окись скандия.** Навеску (около 0,1000 г) растворяют в 50 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % в стакане, накрытом часовым стеклом или чашкой, нагревая до кипения, после чего стекло (или чашку) смывают водой, собирая ее в тот же стакан. Раствор охлаждают, количественно переносят в коническую колбу, доводят объем раствора водой до 100 $см^3$ и проводят определение в соответствии с п. 4.18 настоящего стандарта.

23. **Четыреххлористый титан.** Навеску (около 1,2000—1,3000 г) отбирают во взвешенную тонкостенную стеклянную ампулу с капиллярным концом (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), запаивают ее, взвешивают и помещают в банку из толстого стекла (с притертой пробкой), содержащую 50 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %. В банку предварительно помещают несколько стеклянных шариков. Энергичным встряхиванием разбивают ампулу и продолжают встряхивать до полного поглощения белого дыма и просветления раствора. Затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 25 $см^3$ полученного раствора помещают пипеткой в коническую колбу и проводят определение в соответствии с п. 4.20 настоящего стандарта.

24. **Окись цинка.** Навеску (около 0,1100—0,1300 г) помещают в коническую колбу, растворяют в 5 $см^3$ буферного раствора I, добавляют около 95 $см^3$ и проводят определение в соответствии с п. 4.21 настоящего стандарта.

25. **Сернокислый цирконий.** Навеску (около 0,2600—0,2700 г) помещают в коническую колбу, прибавляют 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 30 $см^3$ воды, нагревают до растворения и кипятят 15 мин, накрыв колбу часовым стеклом или чашкой. Затем раствор охлаждают и проводят определение в соответствии с п. 4.22 настоящего стандарта.

26. **Гидроокись циркония.** Навеску помещают в стакан, прибавляют 16 $см^3$ концентрированной серной кислоты и нагревают до растворения. Раствор количественно переносят в стакан, содержащий 15—20 $см^3$ воды, кипятят 15 мин, накрыв стакан часовым стеклом (или чашкой), охлаждают и проводят определение в соответствии с п. 4.22 настоящего стандарта.

20—26. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2887**
3. **ВЗАМЕН ГОСТ 10398—71**
4. **Стандарт содержит все требования СТ СЭВ 1437—78**
5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	2.1	ГОСТ 4517—87	2.1
ГОСТ 199—78	2.1	ГОСТ 4919.1—77	1.7
ГОСТ 1277—75	2.1	ГОСТ 5456—79	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1	ГОСТ 5841—74	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 5848—73	2.1
ГОСТ 3640—94	2.1	ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 3769—78	2.1	ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1	ГОСТ 7172—76	2.1
ГОСТ 4174—77	2.1	ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 4199—76	2.1	ГОСТ 9656—75	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 4217—77	2.1	ГОСТ 10929—76	2.1
ГОСТ 4233—77	2.1	ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 4234—77	2.1	ГОСТ 19908—90	2.1
ГОСТ 4456—75	2.1	ГОСТ 24363—80	2.1
ГОСТ 4461—71	2.1	ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 4478—78	2.2	ГОСТ 27025—86	1.1а

6. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 27.09.91 № 1505**
7. **ИЗДАНИЕ (сентябрь 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1988 г., сентябре 1991 г. (ИУС 1—80, 10—88, 12—91)**

Переиздание (по состоянию на март 2008 г.)

ПРИМЕЧАНИЕ ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

На первой странице дополнить кодом: МКС 71.040.30 (указатель «Национальные стандарты», 2008).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 14.05.2008. Формат 60×84⅛. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,80. Тираж 99 экз. Зак. 495.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru