



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

РЕАКТИВЫ

**КАЛИЙ ХЛОРИСТЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4234—77

Издание официальное

БЗ 4—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы  
КАЛИЙ ХЛОРИСТЫЙГОСТ  
4234—77

## Технические условия

Reagents Potassium chloride Specifications

ОКП 26 2113 1340 04

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на хлористый калий, представляющий собой белый кристаллический порошок, растворимый в воде

Формула  $KCl$

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г) — 74,55

Допускается изготовление хлористого калия по ИСО 6353-3—87 (р 77) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1—82 (приложение 2)

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Хлористый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке

1.2 По физико-химическим показателям хлористый калий должен соответствовать нормам, указанным в табл 1

---

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

Таблица 1

| Наименование показателя                                                      | Норма                                        |                                                   |                                 |
|------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|---------------------------------------------------|---------------------------------|
|                                                                              | Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2113 1343 01 | Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 1342 02 | Чистый (ч.) ОКП 26 2113 1341 03 |
| 1. Массовая доля хлористого калия (KCl) в прокаленном препарате, %, не менее | 99,8                                         | 99,8                                              | 99,8                            |
| 2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более                   | 0,005                                        | 0,010                                             | 0,020                           |
| 3. Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более                        | 0,5                                          | 0,8                                               | 0,8                             |
| 4. Массовая доля свободных кислот (HCl), %, не более                         | 0,002                                        | 0,002                                             | Не нормируется                  |
| 5. Массовая доля свободных щелочей (KOH), %, не более                        | 0,003                                        | 0,003                                             | Не нормируется                  |
| 6. Массовая доля общего азота (N), %, не более                               | 0,0005                                       | 0,0010                                            | 0,0010                          |
| 7. Массовая доля сульфатов ( $SO_4$ ), %, не более                           | 0,002                                        | 0,005                                             | 0,010                           |
| 8. Массовая доля фосфатов ( $PO_4$ ), %, не более                            | 0,0005                                       | 0,0020                                            | 0,0020                          |
| 9. Массовая доля хлоратов и нитратов ( $ClO_3$ ), %, не более                | 0,0012                                       | 0,0012                                            | 0,0024                          |
| 10. Массовая доля бария (Ba), %, не более                                    | 0,001                                        | 0,005                                             | Не нормируется                  |
| 11. Массовая доля железа (Fe), %, не более                                   | 0,0001                                       | 0,0003                                            | 0,0005                          |
| 12. Массовая доля магния (Mg), %, не более                                   | 0,0005                                       | 0,0020                                            | 0,0050                          |
| 13. Массовая доля мышьяка (As), %, не более                                  | 0,00004                                      | 0,00010                                           | Не нормируется                  |
| 14. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более                         | 0,0005                                       | 0,0005                                            | 0,0005                          |
| 15. Массовая доля натрия (Na), %, не более                                   | 0,2                                          | 0,4                                               | Не нормируется                  |
| 16. Массовая доля кальция (Ca), %, не более                                  | 0,001                                        | 0,005                                             | 0,010                           |

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

### 2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 270 г.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2. Определение массовой доли хлористого калия в прокаленном препарате

#### 3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка вместимостью 25(50) см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>.

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1(2) и 50 см<sup>3</sup>.

Цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Дифенилкарбазон или 1,5-дифенилкарбазид, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Кислота азотная, не содержащая окислов азота, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Ртуть (1) азотнокислая 2-водная по ГОСТ 4521, раствор молярной концентрации  $c(1/2 \text{ Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$  (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

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

#### 3.2.2. Проведение анализа

Около 2,0000 г препарата, предварительно прокаленного в соответствии с п. 3.4, растворяют в воде в мерной колбе, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

50 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и титруют из бюретки, перемешивая, раствором 2-водной азотнокислой ртути (I). Не доходя

до точки эквивалентности (определяемой расчетным путем) на 1—2 см<sup>3</sup>, прибавляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазона или 1,5-дифенилкарбазида и продолжают титрование.

После введения раствора дифенилкарбазона или 1,5-дифенилкарбазида суспензия остается белой, при дальнейшем прибавлении раствора 2-водной азотнокислой ртути (I) она слегка окрашивается в голубоватый цвет. В точке эквивалентности происходит резкое изменение окраски от голубой в сине-фиолетовую.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.2.3. Обработка результатов

3.2.3.1. Точку эквивалентности ( $\mathcal{E}$ ) вычисляют по формуле

$$\mathcal{E} = \frac{m}{10 \cdot 0,007454},$$

где  $m$  — масса навески препарата, г.

3.2.3.2. Массовую долю хлористого калия в прокаленном препарате ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,007454 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50},$$

где  $V$  — объем раствора 2-водной азотнокислой ртути (I) молярной концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,007454 — масса хлористого калия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора 2-водной азотнокислой ртути (I) молярной концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$m$  — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,4$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

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

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

### 3.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10ХС или ТФ ПОР 16ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1,7 %.

### 3.3.2. Проведение анализа

30,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды. Стакан с раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра) 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 химически чистый — 1,5 мг,
- для препарата чистый для анализа — 3,0 мг,
- для препарата чистый — 6,0 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 20$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

### 3.4. Определение массовой доли потерь при прокаливании

5,0000 г препарата взвешивают в платиновом тигле (ГОСТ 6563), прокаленным до постоянной массы и взвешенном (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), и прокаливают в течение 2 ч в муфельной печи при 500—600 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если потери массы не будут превышать:

- для препарата химически чистый — 25 мг,
- для препарата чистый для анализа — 40 мг,
- для препарата чистый — 40 мг.

Остаток после прокаливания сохраняют в эксикаторе над любым осушителем для определения массовой доли хлористого калия.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 5\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

### 3.3.1—3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли свободных кислот ( $\text{HCl}$ ) или свободных щелочей ( $\text{KOH}$ )

#### (Измененная редакция, Изм. № 1).

##### 3.5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка вместимостью  $1\text{ см}^3$  с ценой деления  $0,01\text{ см}^3$ .

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью  $1(2)\text{ см}^3$ .

Цилиндр  $1(3)$ —25(50)—2 по ГОСТ 1770.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации  $c(\text{HCl})=0,02\text{ моль/дм}^3$  (0,02 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации  $c(\text{NaOH})=0,02\text{ моль/дм}^3$  (0,02 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

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

##### 3.5.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в  $25\text{ см}^3$  воды, прибавляют  $0,2\text{ см}^3$  раствора фенолфталеина и перемешивают.

Если окраска анализируемого раствора будет розовой, то его титруют раствором соляной кислоты из бюретки до обесцвечивания раствора.

Если окраска анализируемого раствора после прибавления раствора фенолфталеина будет бесцветной, то его титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски раствора.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если на нейтрализацию анализируемого раствора будет израсходовано не более  $0,15\text{ см}^3$  раствора соляной кислоты или раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно  $0,02\text{ моль/дм}^3$ .

### 3.6. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4. При этом 5,00 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака

дистилляцией, растворяют в воде и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата химически чистый — 0,025 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота определение проводят фотометрическим методом.

**3.5.1—3.6. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

**3.7. Определение массовой доли сульфатов**

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 25 см<sup>3</sup> воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата химически чистый — 0,02 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**3.8. Определение массовой доли фосфатов**

Определение проводят по ГОСТ 10671.6. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, растворяют в 15 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов определение проводят фотометрически.

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



### 3.9. Определение массовой доли хлоратов и нитратов

#### 3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колбы 2—50—2 и 2—250—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—50—18 (22) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 20 и 1(2) см<sup>3</sup>.

Цилиндры 1(3)—25—2 и 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Индиго, раствор (1:5000) или индигокармин; раствор готовят следующим образом: 0,23 г индигокармина (массовую долю основного вещества индигокармина проверяют по ГОСТ 10671.2) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в смеси, состоящей из 200 см<sup>3</sup> воды и 25 см<sup>3</sup> серной кислоты. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают — раствор 1; 20 см<sup>3</sup> полученного раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор 2. Раствор должен быть свежеприготовленным.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 0,25 %.

Раствор, содержащий  $\text{ClO}_3^-$ ; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup>  $\text{ClO}_3^-$ .

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 3.9.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 15 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора индиго или индигокармина, 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и перемешивают.

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

для препарата химически чистый — 0,012 мг  $\text{ClO}_3^-$ ,

для препарата чистый для анализа — 0,012 мг  $\text{ClO}_3^-$ ,

для препарата чистый — 0,024 мг  $\text{ClO}_3^-$ ,

2 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора индиго или индигокармина и 10 см<sup>3</sup> серной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.10. Определение массовой доли бария

3.10.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба КН-2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1(2), 5(10) и 25 см<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 16 %.

Раствор, содержащий Ва; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> Ва.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

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

3.10.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 15 см<sup>3</sup> воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. К раствору прибавляют 5 см<sup>3</sup> спирта, 0,6 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 30 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,02 мг Ва,

для препарата чистый для анализа — 0,10 мг Ва,  
5 см<sup>3</sup> спирта, 0,6 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты.

3.11. *Определение массовой доли железа*

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 5,00 г препарата растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Допускается проводить определение 2,2'-дипиридиловым методом с предварительным восстановлением железа аскорбиновой кислотой по ГОСТ 10555.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят сульфосалициловым методом фотометрически.

3.10.2, 3.11. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.12. Определение массовой доли магния

#### 3.12.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1(2) и 5(10) см<sup>3</sup>.

Пробирка П1-21—200 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 10 %.

Магнезон ХС, ацетоновый раствор с массовой долей 0,01 %, применяют не ранее, чем через сутки после приготовления. Раствор годен в течение 4—5 недель.

Раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,001 мг/см<sup>3</sup> Mg.

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

#### 3.12.2. Проведение анализа

2,00 г препарата растворяют в 25 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

5 см<sup>3</sup> раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 2 см<sup>3</sup> ацетона, 1 см<sup>3</sup> раствора магнезона, 1 см<sup>3</sup> раствора аммиака, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла розовато-синяя окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,0005 мг Mg,

для препарата чистый для анализа — 0,0020 мг Mg,

для препарата чистый — 0,0050 мг Mg,

1 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 2 см<sup>3</sup> ацетона, 1 см<sup>3</sup> раствора магнезона и 1 см<sup>3</sup> раствора аммиака.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3 13 Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485 методом с применением бромно-ртутной бумаги в солянокислой или сернокислой среде. При этом масса навески препарата должна быть 2,5 г.

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

для препарата химически чистый — 0,0010 мг As,

для препарата чистый для анализа — 0,0025 мг As

и соответствующие количества реактивов

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка определение проводят в сернокислой среде.

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

### 3 14 Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 2,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят тиаоацетамидным методом фотометрически или визуально.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,01 мг

Допускается проводить определение сероводородным методом по ГОСТ 17319.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят тиаоацетамидным методом фотометрически.

### 3 15 Определение массовой доли натрия и кальция

3 14, 3 15 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3 15 1 *Аппаратура, реактивы и растворы*

Спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1,

с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Пропан-бутан (в баллоне) для определения Na

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457 для определения Ca.

Горелка.

Распылитель.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770

Пипетка вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дважды перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная

Раствор, содержащий Na; готовят по ГОСТ 4212 (раствор А)

Раствор, содержащий Ca; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> Ca (раствор Б).

Калий хлористый, х. ч., по настоящему стандарту с установленным содержанием Na и Ca, раствор с массовой долей 10 % (раствор В)

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

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

### 3.15.2. Подготовка к анализу

#### Приготовление анализируемых растворов

1,000 г препарата помещают в стакан и растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды. Раствор переносят в мерную колбу. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

#### Приготовление растворов сравнения

В пять мерных колб помещают по 20 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора В и указанные в табл. 2 объемы растворов А и Б. Затем растворы перемешивают, объем каждого раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

Таблица 2

| Номер раствора сравнения | Объем раствора, см <sup>3</sup> |    | Масса примеси в 100 см <sup>3</sup> раствора сравнения, мг |    | Массовая доля примеси в пересчете на препарат, % |     |
|--------------------------|---------------------------------|----|------------------------------------------------------------|----|--------------------------------------------------|-----|
|                          | А                               | Б  | Ca                                                         | Na | Ca                                               | Na  |
| 1                        | —                               | —  | —                                                          | —  | —                                                | —   |
| 2                        | 1                               | 1  | 0,01                                                       | 1  | 0,001                                            | 0,1 |
| 3                        | 2                               | 2  | 0,02                                                       | 2  | 0,002                                            | 0,2 |
| 4                        | 4                               | 6  | 0,06                                                       | 4  | 0,006                                            | 0,4 |
| 5                        | 6                               | 10 | 0,1                                                        | 6  | 0,01                                             | 0,6 |

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.15.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na—589,0—589,6 нм и Ca—422,7 нм в спектре пламени газ — воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания массовых долей примесей натрия и кальция. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальных массовых долей примесей, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 3.15.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значение интенсивности излучения, на оси абсцисс — массовую долю (в процентах) примесей натрия и кальция, в пересчете на препарат.

Массовую долю натрия и кальция в процентах в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхож-

дение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

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

(Измененная редакция, 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, 6—1, 11—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

Допускается по согласованию с потребителем фасовать продукт в мягкие специализированные контейнеры массой 500 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

#### **5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ**

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие хлористого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### **6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

6.1. Хлористый калий вызывает заболевания периферической нервной системы, гипотонию, нарушение вегетативной нервной системы, изменения на ЭКГ. На кожу и слизистую оболочку глаз действует раздражающе, вызывает дерматиты кожи и воспаление слизистой.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) хлористого калия в воздухе рабочей зоны —  $5 \text{ мг/м}^3$ , класс опасности 3, вещество умеренно опасное по ГОСТ 12.1.007.

Определение ПДК в воздухе рабочей зоны проводят гравиметрическим методом.

6.2. При работе с препаратом следует применять резиновые перчатки, хлопчатобумажные халаты, а также соблюдать правила личной гигиены.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6.4. При проведении анализа препарата с использованием горючих газов следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

6.5. Маточные растворы возвращают в производственный цикл.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**



**ПРИЛОЖЕНИЕ 1**  
**Обязательное**

**ИСО 6353-3—87**

**Реактивы для химического анализа. Часть 3. Технические условия.**  
**Вторая серия**

**Р 77 КАЛИЙ ХЛОРИСТЫЙ KCl**

**Относительная молекулярная масса 74,55**

**Р 77 1 Технические требования**

|                                                         |        |
|---------------------------------------------------------|--------|
| Массовая доля хлористого калия (KCl), %, не менее       | 99,5   |
| pH раствора препарата с массовой долей 5 %              | 5—8    |
| Массовая доля бромидов (Br), %, не более                | 0,01   |
| Массовая доля йодидов (I), %, не более                  | 0,002  |
| Массовая доля фосфатов (PO <sub>4</sub> ), %, не более  | 0,0005 |
| Массовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, не более | 0,002  |
| Массовая доля общего азота (N), %, не более             | 0 001  |
| Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более        | 0,0005 |
| Массовая доля железа (Fe), %, не более                  | 0,0002 |
| Массовая доля бария (Ba), %, не более                   | 0,001  |
| Массовая доля кальция (Ca), %, не более                 | 0,002  |
| Массовая доля магния (Mg), %, не более                  | 0,002  |
| Массовая доля натрия (Na), %, не более                  | 0,02   |

**Р 77 2 Приготовление анализируемого раствора**

20 г препарата растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды и разбавляют до 200 см<sup>3</sup> (раствор должен быть прозрачным и бесцветным)

**Р 77 3 Методы анализа****Р 77 3 1 Определение массовой доли хлористого калия**

Около 0,3000 г препарата взвешивают и растворяют в смеси 150 см<sup>3</sup> воды и 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты в конической колбе с притертой пробкой

К полученному раствору добавляют 50 см<sup>3</sup> титрованного раствора азотнокислого серебра молярной концентрации  $c(\text{AgNO}_3)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> и 3 см<sup>3</sup> нитробензола, сильно встряхивают 1 мин и оттитровывают избыток азотнокислого серебра титрованным раствором тиоцианата аммония молярной концентрации  $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, используя сульфат аммоний железо (III) (ИР 4 3 1)\*

1,00 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра молярной концентрации  $c(\text{AgNO}_3)=0,100$  моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,007455 г KCl

\* Общие методы анализа (ОМ) и индикаторные растворы (ИР) — по ИСО 6353-1—82

*Р 77 3 2 Определение рН раствора препарата с массовой долей 5 %*

рН раствора препарата с массовой долей 5 % определяют в соответствии с ОМ 31 1\*, используя градуированный рН-метр

*Р 77 3 3 Определение массовой доли йодидов*

11 г препарата растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды в делительной воронке, прибавляют 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора хлорида железа (III) с массовой долей 4,5 %, тщательно перемешивают и выдерживают в течение 5 мин

Готовят контрольный раствор, используя 1 г препарата, 10 см<sup>3</sup> бромидного раствора сравнения I (10 см<sup>3</sup>=0,01 % Br) и 2 см<sup>3</sup> йодидного раствора сравнения I (2 см<sup>3</sup> = 0,002 % J), в другой делительной воронке

Бромидный и йодидный растворы сравнения I готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерных колбах основных растворов сравнения в соотношениях 1 10. Основной бромидный раствор сравнения готовят следующим образом 1,49 г КВг растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают. Основной йодидный раствор сравнения готовят следующим образом 1,31 г КJ растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают

К анализируемому и контрольному растворам прибавляют 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и взбалтывают в течение 1 мин

Интенсивность розовой окраски нижней фазы анализируемого раствора не должна превышать интенсивности окраски нижней фазы контрольного раствора

Сохраняют оба раствора для анализа в соответствии с п Р 77 3 4

*Р 77 3 4 Определение массовой доли бромидов*

Удаляют нижние фазы растворов, приготовленных в соответствии с п Р 77 3 3, и дважды промывают водные растворы 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода. Прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды, 65 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 60 % и 15 см<sup>3</sup> раствора хромовой кислоты, тщательно перемешивают и выдерживают в течение 5 мин. Прибавляют 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и взбалтывают в течение 1 мин

Раствор хромовой кислоты готовят следующим образом 100 г трехокси хрома растворяют в растворе серной кислоты с массовой долей 35 % и разбавляют до объема 1000 см<sup>3</sup> той же кислотой

Интенсивность желто-коричневой окраски нижней фазы анализируемого препарата не должна превышать интенсивности окраски нижней фазы контрольного раствора, приготовленного в соответствии с п Р 77 3 3

*Р 77 3 5 Определение массовой доли фосфатов*

К 50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р 77 2) прибавляют 30 см<sup>3</sup> воды и анализируют в соответствии с ОМ 4\*\*

\* Общие методы анализа (ОМ) и индикаторные растворы (ИР) — по ИСО 6353-1—82

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

Готовят контрольный раствор, используя  $2,5 \text{ см}^3$  фосфатного раствора сравнения II ( $2,5 \text{ см}^3 = 0,0005 \% \text{ PO}_4$ )

Фосфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1 100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом:  $1,43 \text{ г}$   $\text{KH}_2\text{PO}_4$  растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и перемешивают.

Р 77 3 6 *Определение массовой доли сульфатов*

$20 \text{ см}^3$  анализируемого раствора (Р 77 2) анализируют в соответствии с ОМ 3\*

Готовят контрольный раствор, используя  $4 \text{ см}^3$  сульфатного раствора сравнения II ( $4 \text{ см}^3 = 0,002 \% \text{ SO}_4$ )

Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1 100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом:  $1,81 \text{ г}$   $\text{K}_2\text{SO}_4$  растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и перемешивают.

Р 77 3 7 *Определение массовой доли общего азота*

$20 \text{ см}^3$  анализируемого раствора (Р 77 2) анализируют в соответствии с ОМ 6\*

Готовят контрольный раствор, используя  $2 \text{ см}^3$  азотсодержащего раствора сравнения II ( $2 \text{ см}^3 = 0,001 \% \text{ N}$ )

Азотсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1 100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом:  $6,07 \text{ г}$   $\text{NaNO}_3$  растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и перемешивают.

Р 77 3 8 *Определение массовой доли тяжелых металлов*

$40 \text{ см}^3$  анализируемого раствора (Р 77 2) анализируют в соответствии с ОМ 7\*

Готовят контрольный раствор, используя  $2 \text{ см}^3$  свинецсодержащего раствора сравнения II ( $2 \text{ см}^3 = 0,0005 \% \text{ Pb}$ )

Свинецсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1 100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: к  $1,60 \text{ г}$   $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  добавляют  $1 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и перемешивают.

Р 77 3 9 *Определение массовой доли железа*

$20 \text{ см}^3$  анализируемого раствора (Р 77 2) анализируют в соответствии с ОМ 8 1\*

Готовят контрольный раствор, используя  $4 \text{ см}^3$  железосодержащего раствора сравнения III ( $4 \text{ см}^3 = 0,0002 \% \text{ Fe}$ )

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

## С. 19 ГОСТ 4234—77

Железосодержащий раствор сравнения III готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:1000. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: к 8,63 г  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

### Р.77.3.10. *Определение массовой доли кальция, магния, бария*

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

| Элемент | Концентрация раствора, % | Пламя            | Резонансная линия, нм |
|---------|--------------------------|------------------|-----------------------|
| Ca      | 4                        | Воздух-этин      | 422,7                 |
| Mg      |                          |                  | 285,2                 |
| Ba      | 1                        | Окись азота-этин | 553,5                 |

### Р.77.3.11. *Определение массовой доли натрия*

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

| Элемент | Концентрация раствора, % | Пламя       | Резонансная линия, нм |
|---------|--------------------------|-------------|-----------------------|
| Na      | 0,5                      | Воздух-этин | 589,0                 |

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2  
Обязательное

## ИСО 6353-1—82

## Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний (ОМ)

## 4 3 Растворы индикаторов (ИР)

## 4 3 1 Аммоний железо (III) сульфат (ИР 4 3 1)

33 г 12-водного аммоний железо (III) сульфата растворяют в 67 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 12 %

## 5. Общие методы анализа (ОМ)

## 5 3 Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

Готовят затравочный раствор, смешивая 0,25 см<sup>3</sup> раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в растворе этанола с объемной долей 30 % и 1 см<sup>3</sup> раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25 %. Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем анализируемого раствора, предварительно подкисленный 0,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %

Смесь отстаивают в течение 5 мин и сравнивают ее помутнение с помутнением смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора

## 5 4 Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

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

## 5 6 Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему анализируемого раствора, разбавленному при необходимости до объема 140 см<sup>3</sup>, в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Дебарда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см<sup>3</sup> реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой

долей 0,5 % Добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 %, 2 см<sup>3</sup> реактива Несслера и разбавляют до объема 100 см<sup>3</sup>

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

57 Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Рb) (ОМ 7)

К указанному объему анализируемого раствора добавляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % и насыщают раствор сероводородом или добавляют соответствующее количество водного раствора сероводорода

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

5 8 1 Определение массовой доли железа с использованием 1,10-фенантролина, следуя указаниям ГОСТ 10555

5 29 Атомная абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

5 29 1 Общие указания

Испытуемый образец или его раствор распыляют 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 атомно-абсорбционным спектрометром

5 29 2 Методика

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

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 обычно 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) растворов испытуемого образца, к которым добавлены известные количества определяемого вещества

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

### 5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

#### 5.30.1. Общие указания

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 фотометрической системы либо с монохроматором, либо с фильтрами.

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

#### 5.30.2. Методика анализа

Методика анализа сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии и здесь также можно дать лишь общие указания. 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<sub>2</sub>. Для буферных растворов R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> с известными значениями pH — соответственно pH<sub>R<sub>1</sub></sub> и pH<sub>R<sub>2</sub></sub>, измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно E<sub>1</sub> и E<sub>2</sub>.

Если раствор R в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным pH, то по различию измеренных значений 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:

$$\begin{aligned} \frac{E_1 - E_{\text{иссл}}}{S} + \text{pH}_{R_1} ; \\ \frac{E_2 - E_{\text{иссл}}}{S} + \text{pH}_{R_2} ; \\ S = \left( \frac{mV}{\text{pH}} \right) = \frac{E_1 - E_2}{\text{pH}_{R_1} - \text{pH}_{R_2}} , \end{aligned}$$

где E<sub>иссл</sub> — электродвижущая сила гальванического элемента с исследуемым раствором;

S — угловой коэффициент.

5 31 1 2 *Аппаратура*

pH-метр со стеклянным (менее применим водородный) 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 2 *Калибровка*

pH-метр калибруют, используя растворы с известной активностью ионов водорода, такие, как, 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 перечисленных буферных растворов в интервале температур 15—35 °C.

Таблица 3

| Температура, °C | pH буферного раствора |      |      |      |      |       |
|-----------------|-----------------------|------|------|------|------|-------|
|                 | а                     | б    | в    | г    | д    | е     |
| 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 |

5 31 1 4 *Методика анализа*

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

Одновременно готовят два буферных раствора, таких, чтобы предполагаемое значение pH анализируемого раствора находилось между значениями pH этих растворов. Температуру всех трех растворов, а также ячейки прибора устанавливают равной (25±1) °C.

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 рН не будет сохраняться постоянным не менее 1 мин.

*5.31.0. Общие указания*

В основе потенциометрических методов обычно лежит измерение электродвижущей силы гальванического элемента, состоящего из следующих электродов и полуэлементов:

а) индикаторного электрода, погруженного в анализируемый раствор, его потенциал зависит от природы анализируемого вещества и от концентрации анализируемого раствора;

б) электрода сравнения, характеризующего постоянным значением потенциала.

Электродвижущая сила такого гальванического элемента зависит от концентрации анализируемого раствора. Если потенциал электрода сравнения относительно стандартного водородного электрода известен, концентрация анализируемого раствора может быть рассчитана по измеренному значению электродвижущей силы. При изменении концентрации анализируемого раствора, например, при титровании, электродвижущая сила также будет изменяться таким образом, что момент окончания титрования можно будет определить по графику зависимости потенциала от объема или массы добавленного титранта или от времени проведения электролиза.

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

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, И.Л. Ротенберг (руководитель темы), З.М. Ривина, З.М. Сульман, Л.В. Кидиярова, И.В. Жарова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.77 № 3095

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 4234—69

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта                     |
|-----------------------------------------|---------------------------------------------|
| ГОСТ 12.1.007—76                        | 6.1                                         |
| ГОСТ 1277—75                            | 3.3.1                                       |
| ГОСТ 1770—74                            | 3.2.1; 3.3.1; 3.5.1; 3.9.1; 3.12.1; 3.15.1  |
| ГОСТ 2603—79                            | 3.12.1                                      |
| ГОСТ 3118—77                            | 3.5.1                                       |
| ГОСТ 3760—79                            | 3.12.1                                      |
| ГОСТ 3773—72                            | 3.12.1                                      |
| ГОСТ 3885—73                            | 2.1; 3.1; 4.1                               |
| ГОСТ 4204—77                            | 3.9.1; 3.10.1                               |
| ГОСТ 4212—76                            | 3.9.1; 3.10.1; 3.12.1; 3.15.1               |
| ГОСТ 4233—77                            | 3.9.1                                       |
| ГОСТ 4328—77                            | 3.5.1                                       |
| ГОСТ 4517—87                            | 3.2.1; 3.5.1                                |
| ГОСТ 4521—78                            | 3.2.1                                       |
| ГОСТ 4919.1—77                          | 3.2.1; 3.5.1                                |
| ГОСТ 5457—75                            | 3.15.1                                      |
| ГОСТ 6563—75                            | 3.4                                         |
| ГОСТ 6709—72                            | 3.2.1; 3.3.1; 3.9.1; 3.10.1; 3.12.1; 3.15.1 |

*Продолжение*

| Обозначение НТД, на который дана<br>ссылка | Номер пункта, подпункта                               |
|--------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| ГОСТ 10485—75                              | 3 13                                                  |
| ГОСТ 10555—75                              | 3 11, приложение 2                                    |
| ГОСТ 10671 2—74                            | 3 9 1                                                 |
| ГОСТ 10671 4—74                            | 3 6                                                   |
| ГОСТ 10671 5—74                            | 3 7                                                   |
| ГОСТ 10671 6—74                            | 3 8                                                   |
| ГОСТ 17319—76                              | 3 14                                                  |
| ГОСТ 18300—87                              | 3 5 1, 3 10 1                                         |
| ГОСТ 25336—82                              | 3 2 1, 3 3 1, 3 5 1, 3 9 1, 3 10 1,<br>3 12 1, 3 15 1 |
| ГОСТ 25794 1—83                            | 3.5 1                                                 |
| ГОСТ 25794 3—83                            | 3 2 1                                                 |
| ГОСТ 27025—86                              | 3 1a                                                  |
| ТУ 6—09—07—1672—88                         | 3 2 1                                                 |

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 15.09.92 № 1181
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1988 г., сентябре 1992 г. (ИУС 5—88, 12—92)

*Редактор Л И Нахимова*  
*Технический редактор Л А Кузнецова*  
*Корректор М И Першина*  
*Компьютерная верстка Л А Круговой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 28 05 97 Подписано в печать 30 06 97  
Усл печ л 1,63 Уч -изд л 1,57 Тираж 325 экз С642 Зак 463

---

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