

ГОСТ 2263—79

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

---

# НАТР ЕДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

## ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т****НАТР ЕДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ****Технические условия**

Sodium hydroxide for industrial use.  
Specifications

**ГОСТ  
2263—79**

ОКП 21 3200

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на технический едкий натр (гидроксид натрия), предназначаемый для химической, нефтехимической, целлюлозно-бумажной промышленности, цветной металлургии и других отраслей народного хозяйства.

Формула: NaOH.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 40,00.

**1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Едкий натр должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта и по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Технический едкий натр выпускают следующих марок:

TP — твердый ртутный (чешуйированный);  
TD — твердый диафрагменный (плавленый);  
PR — раствор ртутный;  
PX — раствор химический;  
PD — раствор диафрагменный.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. По физико-химическим показателям едкий натр должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

| Наименование показателя   | Норма для марки   |  |                                |  |                                    |                                    |                                    |  |  |  |  |
|---|---|--|--------------------------------|--|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|--|--|--|--|
|   | TP<br>ОКП 21 3211 0400  | TD<br>ОКП 21 3212 0200                                   | PP<br>ОКП 21 3211 0100         | РХ   |                                    | РД                                 |                                    |  |  |  |  |
|   |   |  |                                | Первый сорт<br>ОКП<br>21 3221 0530   | Второй сорт<br>ОКП<br>21 3221 0540 | Высший сорт<br>ОКП<br>21 3212 0320 | Первый сорт<br>ОКП<br>21 3212 0330 |  |  |  |  |
| 1. Внешний вид  | Чешуйированная масса белого цвета. Допускается слабая окраска | Плавленая масса белого цвета. Допускается слабая окраска | Бесцветная прозрачная жидкость | Бесцветная или окрашенная жидкость. Допускается выкристаллизованный осадок |                                    |                                    |                                    |  |  |  |  |
| 2. Массовая доля гидроксида натрия, %, не менее   | 98,5  | 94,0   | 42,0                           | 45,5   | 43,0                               | 46,0                               | 44,0                               |  |  |  |  |
| 3. Массовая доля углекислого натрия, %, не более  | 0,8   | 1,0  | 0,5                            | 1,1  | 2,0                                | 0,6                                | 0,8                                |  |  |  |  |
| 4. Массовая доля хлористого натрия, %, не более   | 0,05  | 3,5  | 0,05                           | 1,0  | 1,5                                | 3,0                                | 3,8                                |  |  |  |  |
| 5. Массовая доля железа в пересчете на $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , %, не более  | 0,004   | 0,03   | 0,0015                         | 0,008  | 0,2                                | 0,007                              | 0,02                               |  |  |  |  |
| 6. Сумма массовых долей окислов железа, алюминия, %, не более   | 0,02  | Не нормируется   | 0,02                           | 0,05   | Не нормируется                     |                                    |                                    |  |  |  |  |
| 7. Массовая доля кремниевой кислоты в пересчете на $\text{SiO}_2$ , %, не более                                       | 0,02  | Не нормируется   | 0,008                          | 0,5  | Не нормируется                     |                                    |                                    |  |  |  |  |
| 8. Массовая доля сульфата натрия, %, не более   | 0,03  | 0,4  | 0,03                           | Не нормируется   |                                    |                                    |                                    |  |  |  |  |
| 9. Сумма массовых долей кальция и магния в пересчете на $\text{Ca}$ , %, не более                                     | 0,01  | Не нормируется   | 0,003                          | Не нормируется   |                                    |                                    |                                    |  |  |  |  |
| 10. Массовая доля хлорновато-кислого натрия, %, не более  | 0,01  | 0,06   | 0,01                           | Не нормируется   | 0,25                               | 0,3                                |                                    |  |  |  |  |
| 11. Сумма массовых долей тяжелых металлов, осаждаемых $\text{H}_2\text{S}$ , в пересчете на $\text{Pb}$ , %, не более | 0,01  | Не нормируется   | 0,003                          | Не нормируется   |                                    |                                    |                                    |  |  |  |  |
| 12. (Изменение № 2).  |   |  |                                |  |                                    |                                    |                                    |  |  |  |  |
| 13. Массовая доля ртути, %, не более  | 0,0005  | Не нормируется   | 0,0005                         | Не нормируется   |                                    |                                    |                                    |  |  |  |  |
| 14. Массовая доля меди, %, не более   |   | Не нормируется   |                                | 0,002  | Не нормируется                     |                                    |                                    |  |  |  |  |

П р и м е ч а н и я:

1. Нормы примесей в табл. 1 даны в пересчете на 100 %-ный продукт.
2. В твердом продукте, применяемом в производстве металлического натрия, массовая доля кремниевой кислоты должна быть не более 0,1 %, калия — не более 0,1 %, суммы кальция и магния в пересчете на Ca — не более 0,03 %.
3. (Исключено, Изм. № 1).
4. По согласованию с потребителем допускается для продукта марки ТД, упакованного в барабаны, наличие поверхностного слоя толщиной 2—3 мм бурого цвета с массовой долей железа не более 0,3 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Едкий натр представляет собой едкое вещество.

При попадании на кожу вызывает химические ожоги, а при длительном воздействии может вызывать язвы и экземы. Сильно действует на слизистые оболочки. Опасно попадание едкого натра в глаза.

Предельно допустимая концентрация аэрозоля едкого натра в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) — 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

Едкий натр относится к вредным веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты (костюм из хлопчатобумажной ткани, резиновые сапоги, резиновые перчатки, защитные очки, фильтрующий промышленный противогаз по ГОСТ 12.4.121, марки БКФ).

2.3. Производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей концентрацию аэрозоля едкого натра в воздухе рабочей зоны не выше установленной ПДК.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. (Исключен, Изм. № 2).

2.5. При разливе раствора продукта его обезвреживают, поливая место разлива обильным количеством воды.

При рассыпании твердого продукта его следует собрать совком, а место рассыпания обмыть обильным количеством воды.

## 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Едкий натр принимают партиями. Партией считают количество продукта, однородного по своим показателям качества, оформленного одним документом о качестве.

При постановке продукта в железнодорожных или автомобильных цистернах каждую цистерну считают партией.

Документ должен содержать:

товарный знак и (или) наименование предприятия-изготовителя;

наименование продукта, его марку и сорт;

номер партии и дату изготовления;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2, 3.3. (Исключены, Изм. № 2).

3.4. Для контроля качества технического едкого натра пробы отбирают от каждой железнодорожной или автомобильной цистерны; при поставках продукта в специализированных контейнерах, бочках и барабанах отбирают 10 % упаковочных единиц, но не менее трех упаковочных единиц.

Объем выборки для проверки качества твердого продукта, упакованного в банки, — по ГОСТ 3885.

Допускается у изготовителя проводить отбор проб: жидкого продукта — из смокости для хранения товарного продукта; твердого плавленого продукта — при разливе в барабаны; твердого чешуйированного продукта — при наборе в барабаны или банки.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## C. 4 ГОСТ 2263—79

3.4а. Определение показателей качества продукта по пунктам 6, 7, 8, 9, 10, 11, 13, 14 табл. 1 изготавливается по требованию потребителя.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.5. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

## 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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

Округление результатов анализа — до того десятичного знака, который указан в таблице технических требований.

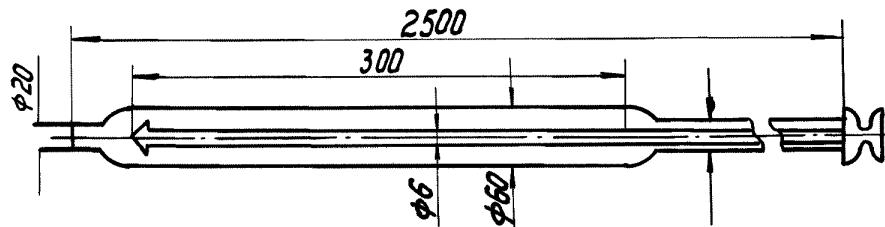
(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.1. Отбор проб

4.1.1. Точечные пробы из специализированных контейнеров и бочек отбирают трубкой (черт. 1) из нержавеющей стали марки X18H10T по ГОСТ 5632.

4.1.2. Точечные пробы из цистерн и емкостей для хранения товарного продукта отбирают пробоотборником (черт. 2), состоящим из футляра с утолщенным дном из нержавеющей стали марки X18H10T по ГОСТ 5632.

К ушкам футляра прикрепляют шнур или тонкую цепочку из материалов, стойких к продукту (сталь марки X18H10T, полиэтилен, хлорвинил, фторопласт).



Черт. 1

В футляр вставляют банку из полиэтилена с навинчивающейся крышкой и закрепляют в футляре к ушкам проволокой из нержавеющей стали. При отборе проб вместо крышки банку закрывают пробкой из полиэтилена (фторопластика), к которой прикрепляют шнур из стойкого к продукту материала.

Пробу из цистерны отбирают погружением пробоотборника до дна цистерны, затем при помощи шнура выдергивают пробку из банки и медленно поднимают пробоотборник. Пробу быстро выливают в чистую сухую полиэтиленовую или стеклянную банку, банку быстро закрывают крышкой.

Из емкости для хранения товарного продукта отбирают пробу с линии розлива. Перед отбором пробы продукт в емкости перемешивают не менее 2 ч.

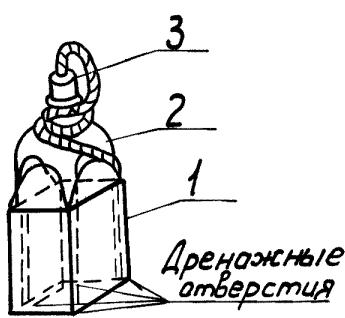
Допускается применять пробоотборники других конструкций, обеспечивающие отбор проб с любого уровня продукта.

Точечную пробу продукта в виде чешуек отбирают щупом из стали марки X18H10T по ГОСТ 5632, погружая его на  $\frac{3}{4}$  глубины барабана или мешка.

Точечную пробу плавленого продукта отбирают пробоотборником со сверлящим приспособлением по ГОСТ 6732.2 (черт. 3, приложение 1).

(Измененная редакция. Изм. № 1, 2).

4.1.2а. Едкий натр гигроскопичен, способен поглощать угле-



1 — футляр из нержавеющей стали;  
2 — банка из полиэтилена; 3 — пробка из полиэтилена

Черт. 2

кислый газ из воздуха, в связи с этим при приготовлении средней пробы необходимо, чтобы не было заметного поглощения воды или углекислого газа.

Рекомендуется усреднение точечных проб проводить в боксе, из которого удаляют влагу и углекислый газ не менее чем за 1 ч до начала работы, помещая в него чашки с пятиокисью фосфора по ТУ 6—09—4173, ч. д. а., или по ТУ 6—09—5173, х. ч., и гидроокисью калия по ГОСТ 24363 или цеппурированным гидратом окиси калия по ГОСТ 9285 высшего сорта.

При необходимости образец твердого продукта измельчают в ступке как можно быстрее и в максимально сухой атмосфере.

**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

4.1.3. Отобранные точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают и отбирают среднюю пробу массой не менее 0,5 кг или объемом не менее 0,5 дм<sup>3</sup> для жидкого продукта.

Среднюю пробу помещают в чистую сухую полиэтиленовую или стеклянную банку. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, предприятия-изготовителя, номера партии, даты отбора пробы и фамилии лица, отобравшего пробу.

**4.2. Определение внешнего вида**

4.2.1. Внешний вид твердого продукта определяют визуально в открытой таре.

4.2.2. Внешний вид жидкого продукта определяют визуально на белом фоне в пробирке типа П4 по ГОСТ 25336 вместимостью 20—25 см<sup>3</sup>.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение массовой доли гидроксида натрия и углекислого натрия

**4.3.1. Аппаратура, реактивы, растворы**

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

Колба по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Бюретки по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup> и 10 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Посуда и оборудование лабораторные по ГОСТ 25336.

Кислота соляная, растворы концентрации с (HCl) = 1 моль/дм<sup>3</sup> и 0,1 моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый оранжевый, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Фенолфталеин, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

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

**4.3.2. Проведение анализа**

В стаканчике для взвешивания взвешивают с погрешностью не более 0,01 г анализируемую пробу продукта, содержащую 35—40 г гидроксида натрия.

Массу анализируемой пробы продукта ( $m'$ ) в граммах вычисляют по формуле

$$m' = \frac{m \cdot 100}{X_0},$$

где  $m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г;

$X_0$  — массовая доля гидроксида натрия, указанная в табл. 1, %.

Перед взятием навески удаляют верхний слой пробы.

Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой почти до метки, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки и перемешивают.

Допускается использовать мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, при этом масса гидроксида натрия должна быть примерно 20 г.

50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> воды, 5 капель раствора фенолфталеина или 2—3 капли раствора метилового оранжевого (если определение углекислого натрия проводят по п. 4.3а) и титруют раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания раствора или до перехода желтой окраски раствора в оранжевую; фиксируют объем, израсходованный на титрование ( $V_1$ ).

Для определения углекислого натрия 50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, 5 капель раствора фенолфталеина и прибавляют при перемешивании раствор соляной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> на

## C. 6 ГОСТ 2263—79

0,5—0,3 см<sup>3</sup> меньше, чем израсходовано на предыдущее титрование ( $V_1$ ). Затем раствор нейтрализуют раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания раствора, прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и титруют из микробюретки раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до перехода желтой окраски раствора в оранжевую; фиксируют объем, израсходованный на титрование по метиловому оранжевому ( $V_2$ ).

### 4.3.3. Обработка результатов

Массовую долю гидроксида натрия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формулам

$$X = \frac{V_1 \cdot 40,00 \cdot 1 \cdot V_k \cdot 100}{50 \cdot 1000 \cdot m'} - 0,76 \cdot X'_2$$

или

$$X = \frac{\left(V_1 - \frac{V_2}{10}\right) \cdot 40,00 \cdot 1 \cdot 1000 \cdot 100}{50 \cdot 1000 \cdot m'}.$$

Массовую долю углекислого натрия в пересчете на 100 %-ный продукт в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{2 \cdot V_2 \cdot 52,99 \cdot 0,1 \cdot V_k \cdot 100 \cdot 100}{50 \cdot 1000 \cdot m' \cdot X},$$

где  $V_1$  — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_k$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m'$  — масса анализируемой пробы, г;

40,00 — молярная масса эквивалента гидроксида натрия, г/моль;

0,76 — коэффициент пересчета углекислого натрия на гидроксид натрия;

$X'_2$  — массовая доля углекислого натрия, определенная по п. 4.3а, %;

52,99 — молярная масса эквивалента углекислого натрия, г/моль.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равнос 0,2 % при определении гидроксида натрия и 0,03 % при определении углекислого натрия при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения массовой доли гидроксида натрия в жидким продукте ±0,25 %, в твердом продукте ±0,4 %; массовой доли углекислого натрия ±0,07 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

### 4.3.—4.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3а. Определение массовой доли углекислого натрия с отгонкой СО<sub>2</sub>

4.3а.1. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Бюретка по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

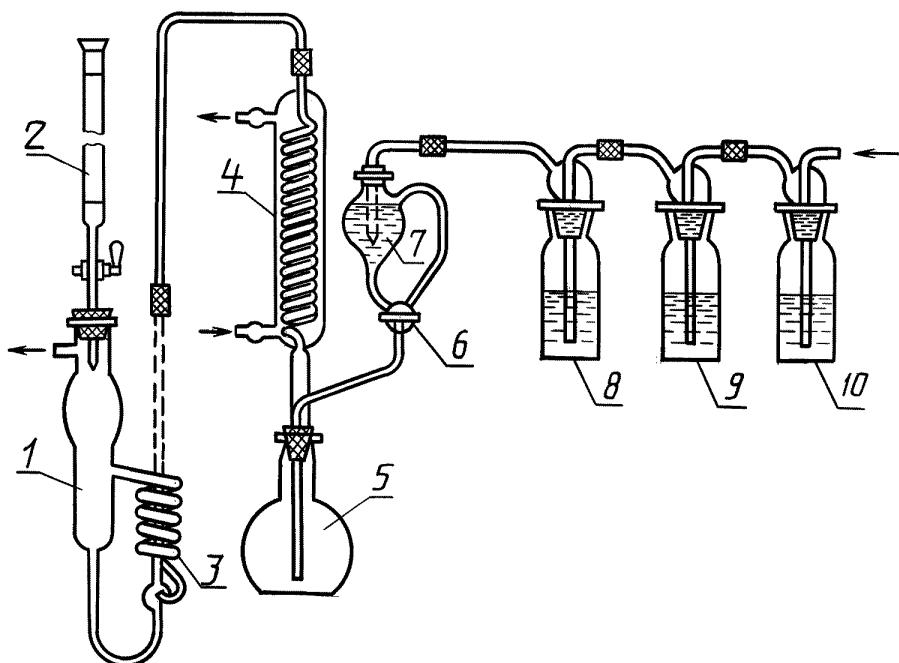
Пипетка по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Прибор для отгонки и определения углекислого газа (черт. 3) состоит из плоскодонной колбы 5 вместимостью 500 см<sup>3</sup>, капельной воронки 7 вместимостью 150 см<sup>3</sup>, склянок для промывания газов 9 и 10, содержащих раствор гидроксида натрия, и склянки 8, содержащей насыщенный раствор гидроксида бария, спирального холодильника с наружным охлаждением 4, поглотителя углекислого газа 1, змеевика 3 длиной не менее 70 см, бюретки 2 вместимостью 50 см<sup>3</sup>, трехходового запорного крана 6.

## Прибор для отгонки и определения углекислого газа



Черт. 3

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Воздух по ГОСТ 17433.

Натрия гидроксида по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы концентрации  $c$  ( $\text{HCl}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (готовят по ГОСТ 25794.1) и 6 моль/дм<sup>3</sup>.

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

Бария гидроокись 8-водная по ГОСТ 4107, раствор концентрации  $c$  ( $\frac{1}{2} \text{Ba(OH)}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 15,0 г гидроксида бария растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, не содержащей углекислоты, отстаивают не менее 2 дней, перед применением раствор декантируют.

Метиловый оранжевый, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Тимолфталеин, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Железа (II) сульфат, раствор концентрации  $c$  ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) = 1 моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 4517.

#### 4.3а.2. Проведение анализа

Собирают прибор в соответствии с черт. 3.

Азот (воздух) пропускают через прибор со скоростью пять пузырьков в секунду в течение 10 мин, затем ток газа останавливают.

В капельную воронку 7 помещают примерно 90 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации 6 моль/дм<sup>3</sup>; в колбу 5 помещают 5—10 г гидроксида натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.3.2); добавляют 150 см<sup>3</sup> воды, 3 капли раствора метилового оранжевого, 5 см<sup>3</sup> раствора сульфата железа и перемешивают; в поглотитель 1 пипеткой вносят 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида бария и 3 капли раствора тимолфталеина.

Прибор закрывают, подключают холодильник 4 и в колбу 5 из капельной воронки 7 очень медленно приливают раствор соляной кислоты до изменения окраски раствора в колбе на красную и добавляют еще 5 см<sup>3</sup> ее избытка. Небольшое количество (несколько кубических сантиметров) раствора соляной кислоты оставляют над запорным краном.

Через прибор пропускают газ со скоростью два пузырька в секунду в течение 10 мин. Затем, не выключая газ, нагревают содержимое колбы 5 и кипятят в течение 20 мин. Нагрев отключают,

## C. 8 ГОСТ 2263—79

увеличивают скорость газа до пяти пузырьков в секунду и титруют избыток раствора гидроксида бария в поглотителе 1 раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания раствора.

После определения проводят контрольный опыт по вышеприведенной методике, но без анализируемой пробы.

### 4.3а.3. Обработка результатов

Массовую долю углекислого натрия ( $X'_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X'_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 52,99 \cdot 0,1 \cdot 100}{1000 \cdot m'} ,$$

где  $V$  — объем соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

52,99 — молярная масса эквивалента углекислого натрия, г/моль;

$m'$  — масса анализируемой пробы, г.

Массовую долю углекислого натрия в пересчете на 100 %-ный продукт ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = X'_2 \cdot \frac{100}{X} ,$$

где  $X$  — массовая доля гидроксида натрия, определенная по п. 4.3, %;

$X'_2$  — массовая доля углекислого натрия, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,03 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 0,04$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

При разногласиях в оценке содержания массовой доли углекислого натрия анализ проводят по методике с отгонкой CO<sub>2</sub>.

### 4.3а.—4.3а.3. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

#### 4.4. Определение массовой доли хлористого натрия

##### 4.4.1. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Бюретки по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Колба по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см<sup>3</sup> и 100 см<sup>3</sup>.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная и раствор концентрации  $c$  (HNO<sub>3</sub>) = 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроксида по ГОСТ 4328, раствор концентрации  $c$  (NaOH) = 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Дифенилкарбазон, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1 (хранят в холодильнике). Раствор не пригоден для использования, если он не дает резкого изменения цвета.

Бромфеноловый синий, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная, раствор концентрации  $c$  (1/2 Hg (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 25794.3.

##### 4.4.2. Подготовка к анализу

Для определения массовой доли хлористого натрия готовят раствор А, который используют для дальнейших определений и хранят в полиэтиленовой посуде или в стеклянной посуде для марок, в которых не нормируется массовая доля двуокиси кремния.

Для приготовления раствора взвешивают (40,00±0,01) г гидроксида натрия.

Массу анализируемой пробы продукта ( $m'$ ) в граммах вычисляют по формуле

$$m' = \frac{m \cdot 100}{X},$$

где  $m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г;

$X$  — массовая доля гидроксида натрия, определенная по п. 4.3, %.

Перед взятием навески пробу тщательно перемешивают. Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой почти до метки, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки и перемешивают (раствор А).

Допускается использовать мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. При этом масса гидроксида натрия должна быть (20,00±0,01) г.

#### 4.4.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают:

для марок ТР и РР — 20,0 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, затем осторожно прибавляют 35 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты;

для остальных марок — 50 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 2 г гидроксида натрия), приливают 100 см<sup>3</sup> воды, затем осторожно прибавляют 25—30 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 3 капли раствора бромфенолового синего, добавляют по каплям раствор гидроксида натрия до перехода окраски раствора в голубую, затем добавляют раствор азотной кислоты до перехода окраски раствора снова в желтую и еще 3 капли ее избытка. Доводят объем раствора до 200 см<sup>3</sup>, к полученному раствору прибавляют 5—10 капель раствора дифенилкарбазона и титруют раствором азотнокислой ртути до окраски раствора сравнения.

Для определения конечной точки титрования одновременно готовят раствор сравнения, для чего в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> наливают 200 см<sup>3</sup> воды, 3 капли раствора бромфенолового синего и добавляют по каплям раствор азотной кислоты до перехода окраски раствора в желтую и еще 3 капли ее избытка, 5—10 капель раствора дифенилкарбазона и 1—2 капли раствора азотнокислой ртути до изменения окраски раствора на розовато-лиловую.

#### 4.4.4. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 58,44 \cdot 0,05 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где  $V$  — объем раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование раствора сравнения, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г;

58,44 — молярная масса эквивалента хлористого натрия, г/моль.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 % для марок ТР и РР и 0,02 % для остальных марок при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения ±0,002 % для марок ТР и РР и ±0,02 % для остальных марок при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 4.5. Определение массовой доли железа в пересчете на Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

4.5.1. Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают:

20 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,8 г NaOH) — для марок ТР, РР, РХ (первый сорт), РД (высший сорт);

5 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,2 г NaOH) — для марок ТД, РД (первый сорт);

20 см<sup>3</sup> раствора Б (соответствует 0,032 г NaOH) — для марки РХ (второй сорт). Объем раствора, если требуется, доводят до 20 см<sup>3</sup> водой, осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумаге раствором соляной кислоты, прибавляют 1 см<sup>3</sup> ее избытка и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

Раствор Б готовят следующим образом: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вмести-

## C. 10 ГОСТ 2263—79

мостью 500 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

### 4.5.2. Обработка результатов

Массовую долю железа в пересчете на Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 1,43 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где  $m_1$  — масса железа, найденная по градуированному графику, мг;

1,43 — коэффициент пересчета железа на Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

### 4.6. Определение суммы массовых долей окислов железа и алюминия

#### 4.6.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 4-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup> и 25 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 1 см<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации  $c$  (AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>; 1 дм<sup>3</sup> раствора подкисляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты; 1 дм<sup>3</sup> воды подкисляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, насыщенный раствор.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %.

Фильтры обеззоленные «красная лента».

Муфельная печь любого типа, обеспечивающая нагрев в интервале температур 950—1100 °C.

Сушильный шкаф любого типа, обеспечивающий нагрев в интервале температур 105—110 °C.

#### 4.6.2. Проведение анализа

20 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 300 см<sup>3</sup> и нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге соляной кислотой, прибавляя 10 см<sup>3</sup> ее избытка. Раствор выпаривают досуха на песчаной бане, осадок смачивают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, снова упаривают досуха и сушат в течение 1 ч при температуре 105—110 °C.

После сушки осадок смачивают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и через 1—2 мин приливают 100 см<sup>3</sup> кипящей воды. Раствор выдерживают 5 мин на водяной бане и фильтруют горячий раствор через фильтр, при этом собирают фильтрат и промывные воды. Осадок на фильтре промывают горячей водой, подкисленной соляной кислотой, а затем горячей чистой водой до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром.

Фильтрат и промывные воды выпаривают до объема 200 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, подогревают раствор до кипения и кипятят 5 мин. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, нагревают раствор до кипения и по каплям добавляют раствор аммиака до выпадения осадка и 2—3 капли избытка. Раствор с осадком оставляют на водяной бане на 2—3 мин. Горячий раствор фильтруют через фильтр «красная лента», осадок на фильтре промывают раствором азотнокислого аммония до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром. Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озолят и прокаливают до постоянной массы при температуре 950—1100 °C. Взвешивания проводят с погрешностью не более 0,0005 г.

#### 4.6.3. Обработка результатов

Сумму массовых долей окислов железа и алюминия ( $X_5$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса прокаленного остатка, г;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных оп-

пределений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,005 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 0,005$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 4.7. Определение массовой доли кремниевой кислоты в пересчете на $\text{SiO}_2$

Определение проводят по ГОСТ 10671.1. При этом 5 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,2 г NaOH) для марок ТР и РР и 20 см<sup>3</sup> раствора Б (соответствует 0,032 г NaOH) для марки РХ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, нейтрализуют, при необходимости доводят объем раствора водой до 20 см<sup>3</sup>. Далее определение проводят по способу 1.

#### 4.8. Определение массовой доли сульфата натрия

##### 4.8.1. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 5 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,2 г NaOH) для марок ТР и РР и 20 см<sup>3</sup> раствора Б (соответствует 0,032 г NaOH) для марки ТД нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 1—2 капель раствора *n*-нитрофенола, приготовленного по ГОСТ 4919.1, доводят объем раствора водой до 25 см<sup>3</sup> и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом, допускается заканчивать определение визуально-нефелометрическим методом.

##### 4.8.2. Обработка результатов

Массовую долю сульфата натрия ( $X_6$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{1,48 \cdot m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где 1,48 — коэффициент пересчета сульфатов на сульфат натрия;

$m_1$  — масса сульфатов, найденная по градуировочному графику, мг;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфата натрия анализ заканчивают фототурбидиметрическим методом.

#### 4.9. Определение суммы массовых долей кальция и магния в пересчете на Ca

##### 4.9.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 4-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Колба по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Бюретка по НТД вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

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

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б), раствор концентрации  $c$  (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 10398.

Магний по ГОСТ 804, раствор концентрации  $c$  (Mg) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 0,2432 г магния, промытого этиловым спиртом и высушенному, помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют по каплям раствор соляной кислоты до полного растворения металла, после чего раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Буферный раствор с pH 9,5—10,0; готовят по ГОСТ 10398.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Эриохром черный Т, индикаторная смесь; готовят по ГОСТ 4919.1.

##### 4.9.2. Проведение анализа

20 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, нейтрализуют раствором соляной кислоты по универсальной индикаторной бумаге и доливают водой до 200 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 5 см<sup>3</sup> раствора, содержащего магний, 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилана Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

Одновременно титруют контрольный раствор, содержащий в таком же объеме 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси и 5 см<sup>3</sup> раствора, содержащего магний.

## C. 12 ГОСТ 2263—79

### 4.9.3. Обработка результатов

Сумму массовых долей кальция и магния в пересчете на Ca ( $X_7$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(V - V_1) \cdot 40,08 \cdot 0,01 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного раствора, см<sup>3</sup>;

40,08 — молярная масса эквивалента кальция, г/моль;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0007 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения ±0,0007 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

### 4.10. Определение массовой доли хлорноватокислого натрия

#### 4.10.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г. Пипетка по НТД вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Бюrette по НТД вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия по ГОСТ 27068, растворы концентрации  $c$  (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 25794.2.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, х. ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный. Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Крахмал растворимый, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517.

#### 4.10.2. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> с притертой пробкой помещают для марок РР и ТР около 4 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, и растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды или для марок ТД и РД 25 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 1 г NaOH).

Анализируемый раствор нейтрализуют соляной кислотой по универсальной индикаторной бумаге, прибавляют 1 г бромистого калия и 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, закрывают колбу пробкой и выдерживают 5 мин в темноте. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, 100 см<sup>3</sup> воды и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (для марок ТР, РР и ТД) и 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (для марки РД) до слабо-желтой окраски, после чего приливают 2 см<sup>3</sup> раствора крахмала и титруют до обесцвечивания раствора.

Одновременно в тех же условиях с теми же реактивами проводят контрольный опыт.

#### 4.10.3. Обработка результатов

Массовую долю хлорноватокислого натрия ( $X_8$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(V - V_1) \cdot 17,74 \cdot c \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где  $V$  — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 (0,01) моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 (0,01) моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

17,74 — молярная масса эквивалента хлорноватокислого натрия, г/моль;

$c$  — молярная концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 % для марок РР, ТР, ТД и 0,02 % для марки РД, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 0,002\%$  для марок РР, ТР, ТД и  $\pm 0,02\%$  для марки РД при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

4.11 Определение суммы массовых долей тяжелых металлов, осаждаемых  $H_2S$ , в пересчете на Pb

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом  $10\text{ cm}^3$  раствора А (соответствует 0,4 г NaOH) для марки ТР и  $25\text{ cm}^3$  раствора А (соответствует 1 г NaOH) для марки РР помешают в коническую колбу вместимостью  $100\text{ cm}^3$  (с меткой на  $30\text{ cm}^3$ ). Раствор осторожно при перемешивании нейтрализуют раствором соляной кислоты (по ГОСТ 3118) с массовой долей 25 % в присутствии 1—2 капель раствора фенолфталеина с массовой долей 1 %, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят сероводородным методом.

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

для марки ТР — 0,04 мг Pb;

для марки РР — 0,3 мг Pb;

$1\text{ cm}^3$  уксусной кислоты,  $1\text{ cm}^3$  раствора уксуснокислого аммония и  $10\text{ cm}^3$  сероводородной воды.

4.4.—4.11. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12. (Исключен, Изм. № 2).

4.13. Определение массовой доли ртути

4.13.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или другого типа.

Колба по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД исполнения 6 или 7 вместимостью 5, 10 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 исполнения 1 или 3 вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 х. ч., концентрированная и раствор 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, х. ч., раствор  $c$  ( $CH_3COONa$ ) = 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., раствор  $c$  ( $CH_3COOH$ ) = 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор ацетатный буферный с pH 4—5, готовят сливанием равных объемов растворов уксуснокислого натрия и уксусной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 1 %.

Хлороформ фармакопейный. Допускается вместо флороформа использовать четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор  $c$  (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520.

Раствор ртути готовят по ГОСТ 4212.

Перед применением раствор разбавляют в 100 раз, для чего помешают  $1\text{ cm}^3$  раствора ртути в мерную колбу вместимостью  $100\text{ cm}^3$ , содержащую 25—30 см<sup>3</sup> воды и 2—3 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ТУ 6—09—07—1684, ч. д. а. Раствор готовят следующим образом: взвешивают 0,1000 г дитизона, навеску помешают в сухую мерную колбу вместимостью  $100\text{ cm}^3$ , растворяют в хлороформе и доводят объем раствора хлороформом до метки. Перемешивают, переносят в склянку из темного стекла и сохраняют под слоем 1 %-ного раствора серной кислоты. Разбавлением хлороформом готовят раствор дитизона — раствор К, оптическая плотность которого, измеренная на ФЭК-56 при длине волн 597 нм (светофильтр № 8) и толщине поглощающего слоя 5 мм, равна 0,75. Раствор сравнения — хлороформ. Раствор дитизона хранят в холодильнике.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч. д. а., раствор  $c$  ( $\frac{1}{5} KMnO_4$ ) = 0,2 моль/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 4 %, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Бумага индикаторная универсальная.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.13.2. Подготовка к анализу

4.13.2.1. Построение градуировочного графика

## C. 14 ГОСТ 2263—79

В делительные воронки вместимостью 200 см<sup>3</sup> помещают по 50 см<sup>3</sup> воды, 0,5; 1; 1,5; 2 и 3 см<sup>3</sup> раствора ртути, что соответствует 5, 10, 15, 20 и 30 мкг ртути, 5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 5 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора и тщательно перемешивают. Извлекают ртуть 10 см<sup>3</sup> раствора дитизона в хлороформе (раствор К), перемешивая 3 мин.

Одновременно в тех же условиях, с теми же количествами реагентов готовят контрольный раствор, не содержащий ртути.

После разделения фаз сливают экстракты анализируемого и контрольного раствора в сухие пробирки или стаканчики вместимостью 50 см<sup>3</sup> и измеряют оптическую плотность относительно хлороформа на ФЭК-56 при длине волн 597 нм (светофильтр № 8) и толщине поглощающего свет слоя 5 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу ртути в микрограммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

### 4.13.3. Проведение анализа

5 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> воды и тщательно перемешивают. Полученный раствор нейтрализуют раствором азотной кислоты до pH 4–5, приливают 1 см<sup>3</sup> ее избытка и доводят объем раствора до 50 см<sup>3</sup>. К полученному раствору добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия и кипятят 3 мин.

Если во время кипячения пробы обесцвечивается, то добавляют еще 1–2 капли раствора марганцовокислого калия.

По охлаждении прибавляют по каплям раствор солянокислого гидроксида натрия до обесцвечивания пробы и 1 см<sup>3</sup> избытка. Через 10 мин вводят 5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нейтрализуют аммиаком до pH 4 (по универсальной индикаторной бумаге), вводят 5 см<sup>3</sup> буферного раствора и переносят в делительную воронку вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Извлечение ртути и измерение оптической плотности экстракта проводят по п. 4.13.2.

### 4.13.4. Обработка результатов

Массовую долю ртути ( $X_9$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{M_1 \cdot 100}{m \cdot 10^6},$$

где  $M_1$  — масса ртути, определенная по градуированному графику, мкг;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00002 %, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

### 4.14. Определение массовой доли меди

Определение проводят по ГОСТ 10554. При этом 10 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,4 г NaOH) помещают в делительную воронку вместимостью 50–100 см<sup>3</sup> и нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 (ГОСТ 3118) по универсальной индикаторной бумаге. Далее определение проводят фотометрически с применением диэтилдитиокарбамата свинца или диэтилдитиокарбамата натрия.

### 4.15. Определение массовой доли калия

Определение проводят по ГОСТ 26726. При этом 25 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 1 г NaOH) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге раствором соляной кислоты 1:4 (ГОСТ 3118), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят по способу 1 или 2, при этом вводят в растворы сравнения 13,2 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия по ГОСТ 4233.

### 4.13.2.1.—4.15. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка технического едкого натра должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319, упаковка продукта, предназначенного для районов Крайнего Севера, — по ГОСТ 15846.

5.2. Твердый продукт упаковывают: плавленый — в стальные барабаны по ГОСТ 5044, исполнения Б, вместимостью 50–180 дм<sup>3</sup>; чешуйкованный — в стальные барабаны по ГОСТ 5044, исполнения Б или В, вместимостью 25–250 дм<sup>3</sup>, в навивные картонные барабаны по ГОСТ 17065 типа I или II, вместимостью 25–100 дм<sup>3</sup>, с мешками-вкладышами из полиэтиленовой пленки толщиной 0,1 мм.

Температура продукта при упаковывании в барабаны с мешками-вкладышами не должна превышать 50 °С.

Наружная поверхность барабанов с продуктом, предназначенным для длительного хранения, должна быть защищена антакоррозионным покрытием.

5.3. По требованию потребителя твердый чешуйированный продукт упаковывают в соответствии с ГОСТ 3885: потребительская тара вида 2—1, 2—9, 11—1, 11—4; группа фасовки VI или VII; транспортная тара — деревянные и фанерные ящики по ГОСТ 18573, навивные картонные барабаны по ГОСТ 17065. Масса нетто продукта в ящиках должна быть не более 20 кг, в барабанах — не более 40 кг.

5.4. По требованию потребителя раствор технического едкого натра заливают в стальные сварные бочки по ГОСТ 13950, типа I, вместимостью 100—200 дм<sup>3</sup>; стальные сварные бочки по ГОСТ 6247, типа I или II, вместимостью 100—275 дм<sup>3</sup>; стальные сварные бочки по ГОСТ 17366, типа I, вместимостью 110—275 дм<sup>3</sup>; в полиэтиленовые бочки вместимостью 50—60 дм<sup>3</sup>; в специализированные контейнеры потребителя (изготовителя), обеспечивающие сохранность продукта.

Бочки и специализированные контейнеры заполняют продуктом на 98 % их вместимости.

Перед заполнением продуктом бочки и специализированные контейнеры должны быть промыты.

Горловины стальных бочек и наливные люки специализированных контейнеров уплотняют резиновыми прокладками, изготовленными из кислотоустойчивой резины средней твердости по ГОСТ 7338, или резиновыми трубками типа 2 по ГОСТ 5496.

5.5. При транспортировании водным транспортом бочки и барабаны с продуктом помещают в универсальные контейнеры по ГОСТ 20259, ГОСТ 20435, ГОСТ 15102.

5.6. Маркировка, характеризующая упакованную продукцию, должна содержать следующие данные:

товарный знак и наименование предприятия-изготовителя;

наименование продукта, марку, сорт;

номер партии и дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Герметичная упаковка» (только на бочки), знака опасности по ГОСТ 19433, черт. 8 (класс 8, подкласс 8.2, классификационный шифр 8212), серийного номера ООН — 1824 (для жидкого продукта) и 1823 (для твердого продукта); на ящики с продуктом, упакованным в стеклянные банки, наносится также манипуляционный знак «Хрупкое. Осторожно».

5.7. Технический едкий натр транспортируют железнодорожным, автомобильным, водным транспортом в крытых транспортных средствах в упаковке и наливом в железнодорожных и автомобильных цистернах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.8. Железнодорожным транспортом продукт перевозят в бочках, барабанах, ящиках повагонно.

Технический едкий натр, предназначенный для медицинской промышленности и производства искусственного волокна, по требованию потребителя транспортируют в железнодорожных цистернах с котлами из нержавеющей стали или гуммированными, принадлежащих потребителю или изготовителю.

Цистерны заполняют едким натром до полной вместимости с учетом объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

Перед заливом цистерн с остатком раствора едкого натра должен быть проведен анализ остатка на соответствие требованиям настоящего стандарта. Если анализ остатка соответствует требованиям настоящего стандарта, то цистерну заполняют продуктом; если анализ остатка не соответствует требованиям настоящего стандарта, то остаток удаляют, а цистерну промывают.

5.9. Технический едкий натр, упакованный в специализированные контейнеры, транспортируют только автомобильным транспортом.

5.10. Продукт, упакованный в бочки, барабаны и ящики, транспортируют в пакетированном виде по ГОСТ 26663, ГОСТ 24957, ГОСТ 21650, ГОСТ 21140, на поддонах по ГОСТ 9557 и ГОСТ 26381.

5.11. Раствор технического едкого натра хранят в закрытых емкостях из материала, стойкого к щелочам.

Упакованный продукт хранят в складских неотапливаемых помещениях.

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## **С. 16 ГОСТ 2263—79**

### **6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ**

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления.

Сроки и условия хранения продукта, предназначенного для длительного хранения, должны соответствовать установленным требованиям.

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

### **ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**

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

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.10.79 № 4141**

**3. Стандарт соответствует международным стандартам: ИСО 979—74; ИСО 981—73; ИСО 984—74; ИСО 3195—75; ИСО 3196—75**

**В стандарт введен международный стандарт ИСО 5992—79**

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 2263—71**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта                            |
|---|--|
| ГОСТ 12.1.007—76                        | 2.1  |
| ГОСТ 12.4.121—83                        | 2.2  |
| ГОСТ 61—75                              | 4.13.1   |
| ГОСТ 199—78                             | 4.13.1   |
| ГОСТ 804—93                             | 4.9.1  |
| ГОСТ 1277—75                            | 4.6.1  |
| ГОСТ 1770—74                            | 4.3.1, 4.3а.1, 4.4.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.13.1 |
| ГОСТ 3118—77                            | 4.3а.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.11, 4.14, 4.15     |
| ГОСТ 3760—79                            | 4.6.1, 4.13.1                                      |
| ГОСТ 3773—72                            | 4.6.1  |
| ГОСТ 3885—73                            | 3.4, 5.3   |
| ГОСТ 4107—78                            | 4.3а.1   |
| ГОСТ 4160—74                            | 4.10.1   |
| ГОСТ 4204—77                            | 4.13.1   |
| ГОСТ 4212—76                            | 4.13.1   |
| ГОСТ 4232—74                            | 4.10.1   |
| ГОСТ 4233—77                            | 4.15   |
| ГОСТ 4328—77                            | 4.3а.1, 4.4.1                                      |
| ГОСТ 4461—77                            | 4.4.1, 4.6.1, 4.13.1                               |
| ГОСТ 4517—87                            | 4.3.1, 4.3а.1, 4.10.1                              |
| ГОСТ 4520—78                            | 4.13.1   |
| ГОСТ 4919.1—77                          | 4.3.1, 4.3а.1, 4.4.1, 4.8.1, 4.9.1                 |
| ГОСТ 5044—79                            | 5.2  |
| ГОСТ 5456—79                            | 4.13.1   |
| ГОСТ 5496—78                            | 5.4  |
| ГОСТ 5632—72                            | 4.1.1, 4.1.2                                       |
| ГОСТ 6247—79                            | 5.4  |
| ГОСТ 6709—72                            | 4.4.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.13.1                |
| ГОСТ 6732.2—89                          | 4.1.2  |
| ГОСТ 7338—90                            | 5.4  |
| ГОСТ 9285—78                            | 4.1.2а   |
| ГОСТ 9293—74                            | 4.3а.1   |

*Окончание*

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта                            |
|---|--|
| ГОСТ 9557—87                            | 5.10   |
| ГОСТ 10398—76                           | 4.9.1  |
| ГОСТ 10554—74                           | 4.14   |
| ГОСТ 10555—75                           | 4.5.1  |
| ГОСТ 10652—73                           | 4.13.1   |
| ГОСТ 10671.1—74                         | 4.7  |
| ГОСТ 10671.5—74                         | 4.8.1  |
| ГОСТ 13950—91                           | 5.4  |
| ГОСТ 14192—96                           | 5.6  |
| ГОСТ 15102—75                           | 5.5  |
| ГОСТ 15846—79                           | 5.1  |
| ГОСТ 17065—94                           | 5.2, 5.3   |
| ГОСТ 17319—76                           | 4.11   |
| ГОСТ 17366—80                           | 5.4  |
| ГОСТ 17433—80                           | 4.3a.1   |
| ГОСТ 18300—87                           | 4.9.1  |
| ГОСТ 18573—86                           | 5.3  |
| ГОСТ 19433—88                           | 5.6  |
| ГОСТ 20259—80                           | 5.5  |
| ГОСТ 20288—74                           | 4.13.1   |
| ГОСТ 20435—75                           | 5.5  |
| ГОСТ 20490—75                           | 4.13.1   |
| ГОСТ 21140—88                           | 5.10   |
| ГОСТ 21650—76                           | 5.10   |
| ГОСТ 22867—77                           | 4.6.1  |
| ГОСТ 24104—88                           | 4.3.1, 4.3a.1, 4.4.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.13.1 |
| ГОСТ 24363—80                           | 4.1.2a   |
| ГОСТ 24957—81                           | 5.10   |
| ГОСТ 25336—82                           | 4.2.2, 4.3.1, 4.3a.1, 4.4.1                        |
| ГОСТ 25794.1—83                         | 4.3.1, 4.3a.1                                      |
| ГОСТ 25794.2—83                         | 4.10.1   |
| ГОСТ 25794.3—83                         | 4.4.1  |
| ГОСТ 26319—84                           | 5.1  |
| ГОСТ 26381—84                           | 5.10   |
| ГОСТ 26663—85                           | 5.10   |
| ГОСТ 26726—85                           | 4.15   |
| ГОСТ 27025—86                           | 4.1a   |
| ГОСТ 27068—86                           | 4.10.1   |
| ТУ 6—09—07—1684—89                      | 4.13.1   |
| ТУ 6—09—4173—76                         | 4.1.2a   |
| ТУ 6—09—5173—76                         | 4.1.2a   |

**6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

**7. ИЗДАНИЕ (июль 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 10—85, 6—90)**

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *Л.А. Гусева*  
Корректор *В.Е. Нестерова*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 21.06.2001. Подписано в печать 03.08.2001. Усл.печл. 2,32. Уч.-изд.л. 1,95.  
Тираж 92 экз. С 1882. Зак. 282.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов