

ГОСТ 4233—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

РЕАКТИВЫ

# НАТРИЙ ХЛОРИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## Реактивы

## НАТРИЙ ХЛОРИСТЫЙ

## Технические условия

ГОСТ  
4233—77Reagents.  
Sodium chloride. Specifications

ОКП 26 2112 1220 05\*

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на хлористый натрий, который представляет собой бесцветные кристаллы или кристаллический порошок; легко растворим в воде.

Формула NaCl.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 58,44.

Допускается изготовление хлористого натрия по ИСО 6353-2—83 (Р. 32) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям хлористый натрий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2112 1223 02	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2112 1222 03	Чистый (ч.) ОКП 26 2112 1221 04
1. Массовая доля хлористого натрия (NaCl) в прокаленном препарате, %, не менее	99,9	99,9	99,8
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005	0,010
3. Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более	0,5	0,5	1,0
4. Массовая доля общего азота, %, не более	0,0005	0,0010	0,0010

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

\* См. примечание ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» (с. 17).

© Издательство стандартов, 1977  
© ИПК Издательство стандартов, 2002  
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

Наименование показателя	Норма для марки		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2112 1223 02	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2112 1222 03	Чистый (ч.) ОКП 26 2112 1221 04
5. Массовая доля йодидов (I), %, не более	0,001	0,001	Не нормируется
6. Массовая доля бромидов (Br), %, не более	0,005	Не нормируется	Не нормируется
7. Массовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, не более	0,001	0,002	0,010
8. Массовая доля фосфатов (PO <sub>4</sub> ), %, не более	0,0005	Не нормируется	Не нормируется
9. Массовая доля бария (Ba), %, не более	0,001	0,003	0,010
10. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0002	0,0010
11. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,0005	0,0010	0,0050
12. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	0,00005	0,00010
13. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010
14. Массовая доля калия (K), %, не более	0,005	0,010	0,020
15. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002	0,002	0,010
16. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	5—8	5—8	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Натрий хлористый вызывает раздражение слизистых оболочек верхних дыхательных путей и кожи.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны — 5 мг/м<sup>3</sup>, класс опасности III по ГОСТ 12.1.005.

2а.2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты (защитные очки, респираторы, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией, а в местах наибольшего пыления следует предусмотреть местные отсосы. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

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

2а.4. При проведении анализа препарата с использованием горючих газов следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю йодидов и бромидов определяют периодически по требованию потребителя.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Массовую долю общего азота, мышьяка, тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждой двадцатой партии.

**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

### 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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

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

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 385 г.

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

3.2. Определение массовой доли хлористого натрия

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 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 50, 10, 5, 1 см<sup>3</sup>.

Стаканчик СВ—19/9 по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Кислота азотная, не содержащая окислов азота; готовят по ГОСТ 4517.

Ртуть (I) 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 1,5000 г препарата, предварительно прокаленного, как указано в 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 вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и титруют при перемешивании раствором азотнокислой ртути. Не доходя до точки эквивалентности на 1—2 см<sup>3</sup> (по теоретическому подсчету  $\frac{\text{масса навески препарата}}{10 \cdot 0,005844}$ ), прибав-

ляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазона или дифенилкарбазида и продолжают титрование.

После введения раствора дифенилкарбазона или дифенилкарбазида суспензия остается белой, при дальнейшем прибавлении раствора азотнокислой ртути она слегка окрашивается в голубоватый цвет. В точке эквивалентности происходит резкое изменение окраски из голубой — в сине-фиолетовую.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot 0,005844 \cdot 100 \cdot 500}{m \cdot 50},$$

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>;

$m$  — масса навески препарата, г;

0,005844 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора 2-водной азотнокислой ртути (I) молярной концентрации точно 0,1 моль/см<sup>3</sup>, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,3$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

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

## С. 4 ГОСТ 4233—77

### 3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

#### 3.3.1. Аппаратура и реактивы

Стакан Н—1—600 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—500—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.3.2. 50,00 г препарата квалификации «химически чистый» или 40,00 г препарата квалификаций «чистый для анализа» и «чистый» помещают в стакан и растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат в сушильном шкафу при температуре 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» — 2 мг,

для препарата «чистый» — 4 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата квалификации «химически чистый» — ± 40 %, для препаратов квалификаций «чистый для анализа» и «чистый» ± 20 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 3.4. Определение массовой доли потерь при прокаливании

5,0000 г препарата взвешивают в платиновом тигле № 100—7 (ГОСТ 6563), прокаленном до постоянной массы и взвешенном (результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Препарат подсушивают, постепенно увеличивая температуру прокаливания, и прокаливают около 2 ч в муфельной печи при 400—500 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если потеря массы не будет превышать:

для препарата «химически чистый» — 25 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 25 мг,

для препарата «чистый» — 50 мг.

Остаток после прокаливания сохраняют для определения массовой доли основного вещества, которое проводят тотчас же.

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

#### 3.5. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 5,00 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией 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 анализ проводят фотометрическим методом.

#### 3.3.1—3.5. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 3.6. Определение массовой доли йодидов

##### 3.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Воронка ВД—1—250(500) ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 5 или 10 см<sup>3</sup>.

Пробирка П4—20—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147, раствор готовят следующим образом: 100,00 г 6-водного треххлористого железа помещают в мерную колбу, растворяют в растворе соляной кислоты, доводят объем раствора раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор 1:99.

Углерод, четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Раствор, содержащий Вг; готовят по ГОСТ 4212.

Раствор, содержащий J; готовят по ГОСТ 4212.

3.6.2. 22,00 г препарата растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды в делительной воронке.

Одновременно готовят раствор сравнения следующим образом: 2,00 г препарата помещают в делительную воронку, растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды и прибавляют раствор, содержащий 0,2 мг J и 1,0 мг Вг.

К анализируемому раствору и раствору сравнения прибавляют по 4 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора хлорида железа (III) и выдерживают 5 мин. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 1 мин. После разделения слоев водные слои сохраняют для определения бромидов по п. 3.7, а органические фазы помещают в пробирки.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если фиолетовая окраска слоя четыреххлористого углерода анализируемого раствора, наблюдаемая на фоне молочного стекла, не будет интенсивнее окраски слоя четыреххлористого углерода раствора сравнения.

3.6.1, 3.6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.7. Определение массовой доли бромидов

3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Воронка ВД—1—250 ХС по ГОСТ 25336.

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

Пробирка П4—20—14/23 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

Хрома (VI) оксид по ГОСТ 3776, раствор готовят следующим образом: 10,00 г оксида хрома (VI) растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1:1 и 1:3.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

3.7.2. *Проведение анализа*

Половину водных слоев, полученных при определении йодидов по п. 3.6.2, дважды промывают четыреххлористым углеродом, прибавляя четыреххлористый углерод (до 10 см<sup>3</sup>) пипеткой. После разделения слоев слой четыреххлористого углерода отбрасывают. К каждому водному слою прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды, 65 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), 15 см<sup>3</sup> раствора оксида хрома (VI) и выдерживают 5 мин. Затем к каждому слою прибавляют пипеткой 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 1 мин.

При образовании эмульсии слой четыреххлористого углерода после разделения слоев фильтруют через обеззоленный сухой фильтр «белая лента» и помещают в пробирку.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на белом фоне желто-бурая окраска слоя четыреххлористого углерода анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски слоя четыреххлористого углерода раствора сравнения, приготовленного по п. 3.6.2.

3.7.1, 3.7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.8. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 2,00 г препарата квалификации х.ч. и ч.д.а. и 1,00 г препарата квалификации ч. взвешивают, 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 визуальным-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» — 0,04 мг,

для препарата «чистый» — 0,10 мг.

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

## С. 6 ГОСТ 4233—77

### 3.9. 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 по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса фосфатов не будет превышать для препарата «химически чистый» — 0,01 мг.

#### 3.8, 3.9. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.10. Определение массовой доли бария **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

#### 3.10.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 2, 5 или 10 см<sup>3</sup>.

Цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Раствор, содержащий Ва; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации Ва 0,01 мг/см<sup>3</sup>.

#### 3.10.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата помещают в колбу, растворяют в 10 см<sup>3</sup> воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> этилового спирта и 0,6 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая 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» — 0,01 мг Ва,

для препарата «чистый для анализа» — 0,03 мг Ва,

для препарата «чистый» — 0,10 мг Ва,

5 см<sup>3</sup> этилового спирта и 0,6 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты.

#### 3.10.1, 3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

### 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, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и кипятят 1 мин. Затем охлаждают и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг,

для препарата «чистый» — 0,050 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Допускается проводить определение 2,2'-дипиридиловым методом с предварительным восстановлением аскорбиновой кислотой.

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

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

### 3.12. Определение массовой доли магния

#### 3.12.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—100—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1, 5 или 10 см<sup>3</sup>.

Пробирка П4—25—14/23 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

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

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

Ацетон по ГОСТ 2603.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Магnezон ХС, раствор в ацетоне с массовой долей магнезона ХС 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 готовят раствор массовой концентрации Mg 0,005 мг/см<sup>3</sup>.

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

### 3.12.2. Проведение анализа

2,00 г препарата помещают в колбу (с меткой на 50 см<sup>3</sup>), растворяют в 25 см<sup>3</sup> воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

5 см<sup>3</sup> раствора (соответствуют 0,20 г препарата) помещают в пробирку из бесцветного стекла, 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» — 0,001 мг Mg,

для препарата «чистый для анализа» — 0,002 мг Mg,

для препарата «чистый» — 0,010 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 бромнортугной бумаги в серноокислой или сернистой среде. Масса навески препарата должна быть 2,50 г.

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

для препарата «химически чистый» — 0,0005 мг As,

для препарата «чистый для анализа» — 0,00125 мг As,

для препарата «чистый» — 0,0025 мг As,

и соответствующие количества реактивов по ГОСТ 10485.

При разногласиях в оценке массовой доли мышьяка анализ проводят в серноокислой среде.

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

### 3.14. Определение массовой доли тяжелых металлов

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

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

для препарата «химически чистый» — 0,0050 мг Pb,

для препарата «чистый для анализа» — 0,0125 мг Pb,

для препарата «чистый» — 0,0250 мг Pb,

1 см<sup>3</sup> раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и 1 см<sup>3</sup> раствора тиаоацетамида.

Допускается проводить определение сероводородным методом по ГОСТ 17319 из массы навески 5,00.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.15. Определение массовой доли калия и кальция

**(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.

Фотоумножитель типа ФЭУ-38 или другого типа, чувствительный в видимой области спектра.

Пропан-бутан (в баллоне) — для определения К.

Ацетилен растворимый и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Горелка.

## С. 8 ГОСТ 4233—77

Распылитель.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Колба 2—100—1 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 10 или 20 см<sup>3</sup>.

Стакан Н—1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

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

Растворы, содержащие К и Са; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий по 0,01 мг/см<sup>3</sup> К и Са — раствор А.

Натрий хлористый х.ч. по настоящему стандарту, с установленным содержанием К и Са; раствор с массовой долей хлористого натрия 10 % — раствор Б.

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

#### 3.15.2.1. Приготовление анализируемых растворов

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

#### 3.15.2.2. Приготовление растворов сравнения

В шесть мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая помещают по 20 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора Б и указанные в табл. 2 объемы раствора А. Затем растворы перемешивают, объем каждого раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.15.2—3.15.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация раствора сравнения, мг/100 см <sup>3</sup>		Массовая доля в пересчете на препарат, %	
		К	Са	К	Са
1	—	—	—	—	—
2	2	0,02	0,02	0,002	0,002
3	4	0,04	0,04	0,004	0,004
4	8	0,08	0,08	0,008	0,008
5	10	0,1	0,1	0,01	0,01
6	20	0,2	0,2	0,02	0,02

### 3.15.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий К—766,5 и Са—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 калия 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.

### 3.15.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, на оси абсцисс — массовую долю примесей калия и кальция в пересчете на препарат.

Массовую долю калия и кальция в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

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

**3.16. Определение рН раствора препарата с массовой долей 5 %**

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336), растворяют в 95 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), и измеряют рН раствора на универсальном иономере ЭВ-74.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 рН.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,1$  рН при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.15.3—3.16. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### **4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ**

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9.

Группа фасовки: IV, V, VI не более 3 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

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

#### **5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ**

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

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

Разд.6. (Исключен, Изм. № 1).

## ИСО 6353-2—83 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА.

## ЧАСТЬ 2. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ. ПЕРВАЯ СЕРИЯ»

## Р.32. Натрий хлористый

Относительная молекулярная масса 58,44.

## Р.32.1. Технические требования

Массовая доля хлористого натрия (NaCl), %, 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 гексацианоферрата (II) $[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , %, не более	0,0001
Массовая доля фосфатов ( $\text{PO}_4$ ), %, не более	0,0005
Массовая доля сульфатов ( $\text{SO}_4$ ), %, не более	0,002
Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001
Массовая доля бария (Ba), %, не более	0,001
Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002
Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002
Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,002
Массовая доля калия (K), %, не более	0,01

## Р.32.2. Приготовление анализируемого раствора

20 г препарата растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды и разбавляют до 200 см<sup>3</sup> (раствор должен быть чистым и бесцветным).

## Р.32.3. Методы анализа

## Р.32.3.1. Определение массовой доли хлористого натрия

Около 0,2000 г препарата взвешивают и растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды.

К этому раствору прибавляют 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 30,0 см<sup>3</sup> титрованного раствора азотнокислого серебра молярной концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> и далее проводят потенциметрическое титрование титрованным раствором азотнокислого серебра молярной концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, используя Ag—Ag/Cl электроды.

1,00 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра молярной концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,100$  моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,005844 г NaCl.

## Р.32.3.2. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

pH раствора препарата с массовой долей 5 % определяют в соответствии с ОМ 31.1\*, используя стеклянный индикаторный электрод.

## Р.32.3.3. 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 хлористого 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 % I), 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 KBr 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 KI 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 интенсивность окраски нижней фазы контрольного раствора.

Сохраняют оба раствора для анализа в соответствии с п. Р.32.3.4.

\* ОМ — общие методы анализа по ИСО 6353-1—82.

**Р.32.3.4. Определение массовой доли бромидов**

Удаляют нижние фазы растворов, приготовленных в соответствии с п. Р.32.3.3, 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 трехоксида хрома растворяют в растворе серной кислоты с массовой долей 35 % и разбавляют до объема 1000 см<sup>3</sup> той же кислотой.

Интенсивность желтовато-голубой окраски нижней фазы анализируемого препарата не должна превышать интенсивность окраски нижней фазы контрольного раствора, приготовленного в соответствии с п. Р.32.3.3.

**Р.32.3.5. Определение массовой доли гексацианоферрата (II)**

3,5 г препарата растворяют в 12 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20 % и 0,2 см<sup>3</sup> смеси железо (II) — железо (III), тщательно перемешивают и выдерживают в течение 2 мин. Прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора дигидрофосфата натрия и выдерживают в течение 30 мин.

Смесь железо (II) — железо (III) готовят следующим образом: 10 г 6-водного сульфата аммония железа (II) (соль Мора) и 1 г 12-водного сульфата аммония железа (III) растворяют в воде, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20 % и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Раствор дигидрофосфата натрия готовят следующим образом: 20 г 1-водного дигидрофосфата натрия растворяют в воде, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20 % и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Интенсивность голубой окраски анализируемого раствора не должна превышать интенсивность окраски контрольного раствора, содержащего 1 г препарата и 2,5 см<sup>3</sup> гексацианоферрата (II), содержащего раствора сравнения III (2,5 см<sup>3</sup> = 0,0001 % Fe(CN)<sub>6</sub>).

Гексацианоферрат (II), содержащий 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: 1,99 г  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$  растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р.32.3.6. Определение массовой доли фосфатов**

К 50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.32.2) прибавляют 30 см<sup>3</sup> воды и анализируют в соответствии с ОМ 4. Готовят контрольный раствор, используя 2,5 см<sup>3</sup> фосфатного раствора сравнения II (2,5 см<sup>3</sup> = 0,0005 % PO<sub>4</sub>).

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 г KН<sub>2</sub>РO<sub>4</sub> растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р.32.3.7. Определение массовой доли сульфатов**

20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.32.2) анализируют в соответствии с ОМ 3.

Готовят контрольный раствор, используя 4 см<sup>3</sup> сульфатного раствора сравнения II (4 см<sup>3</sup> = 0,002 % SO<sub>4</sub>).

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 г K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р.32.3.8. Определение массовой доли общего азота**

20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.32.2) анализируют в соответствии с ОМ 6.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см<sup>3</sup> азотсодержащего раствора сравнения II (2 см<sup>3</sup> = 0,001 % 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 г NaNO<sub>3</sub> растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р.32.3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов**

40 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.32.2) анализируют в соответствии с ОМ 7.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см<sup>3</sup> свинецсодержащего раствора сравнения II (2 см<sup>3</sup> = 0,0005 % 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 г Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> добавляют 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р.32.3.10. Определение массовой доли железа**

20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.32.2) анализируют в соответствии с ОМ 8.1.

Готовят контрольный раствор, используя 4 см<sup>3</sup> железосодержащего раствора сравнения II (4 см<sup>3</sup> = 0,0002 % Fe).

Железосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения гото-

## С. 12 ГОСТ 4233—77

вят 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.32.3.11. Определение массовой доли бария

Готовят затравочный раствор, смешивая 0,25 см<sup>3</sup> раствора 2-водного хлористого бария с массовой долей 0,02 % в растворе этанола с объемной долей 30 % и 1 см<sup>3</sup> раствора 10-водного сульфата натрия с массовой долей 40 %. После выдержки точно 1 мин к этому раствору прибавляют 20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.32.2), предварительно подкисленного раствором соляной кислоты с массовой долей 25 %, и выдерживают в течение 15 мин.

Помутнение анализируемого раствора не должно быть сильнее, чем помутнение контрольного раствора, приготовленного с использованием 2 см<sup>3</sup> барийсодержащего раствора сравнения П (2 см<sup>3</sup> = 0,001 % Ва).

Барийсодержащий раствор сравнения П готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,78 г  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

### Р.32.3.12. Определение массовой доли кальция и магния

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

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca Mg	4	Воздух-ацетилен	422,7 285,2

### Р.32.3.13. Определение массовой доли калия

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

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
К	10	Кислород-ацетилен	766,5

## ИСО 6353-1—82 «ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ.

## ЧАСТЬ 1. ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ»

## 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 подкисленного 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 рН 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 молибденофосфатный 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 Деварда 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.

## 5.7. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Pb) (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 по ГОСТ 10555*

## 5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

## 5.29.1. Общие указания

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

## 5.29.2. Методика анализа

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с анализируемым 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. Если прибор укомплектован пламенным источником атомов, определение обычно проводят, используя водные растворы анализируемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

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

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

## С. 14 ГОСТ 4233—77

### 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 подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью подходящей 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. Потенциометрия (ОМ 31)

#### 5.31.0. Общие указания

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

- индикаторного электрода, погруженного в анализируемый раствор; его потенциал зависит от природы анализируемого вещества и от концентрации анализируемого раствора;
- электрода сравнения, характеризующегося 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.

#### 5.31.1. Определение рН (ОМ 31.1)

##### 5.31.1.1. Общие положения

Рассмотрим гальванический элемент: электрод сравнения — насыщенный раствор КСl — раствор  $P/Pt \cdot H_2$ . Для буферных растворов  $R_1$  и  $R_2$  с известными значениями рН — соответственно  $pH_{R_1}$  и  $pH_{R_2}$ , измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно  $E_1$  и  $E_2$ .

Если раствор  $R$  в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным рН, то по различию измеренных значений потенциалом можно рассчитать рН исследуемого раствора.

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

$$\frac{E_1 - E_{ис}}{S} + pH_{R_1}; \quad \frac{E_2 - E_{ис}}{S} + pH_{R_2}; \quad S = \left( \frac{mB}{pH} \right) = \frac{E_1 - E_2}{pH_{R_1} - pH_{R_2}},$$

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

$S$  — угловой коэффициент.

##### 5.31.1.2. Аппаратура

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

##### 5.31.1.3. Калибровка

рН-метр калибруют, используя растворы с известной активностью ионов водорода, такие, как, например:

- оксалатный буферный раствор;
- тартратный буферный раствор;
- фталатный буферный раствор;
- фосфатный буферный раствор;
- боратный буферный раствор;
- буферный раствор гидроокиси кальция.

Т а б л и ц а 3

Температура, °С	рН 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

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

#### 5.31.1.4. Методика анализа

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

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

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед измерением буферным раствором. Затем, после промывания электрода водой и анализируемым раствором, измеряют рН анализируемого раствора.

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

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.04.77 № 882
3. ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 4233—66
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 12.1.005—88	2а.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.10.1, 3.12.1, 3.15.1
ГОСТ 2603—79	3.12.1
ГОСТ 3118—77	3.6.1
ГОСТ 3760—79	3.12.1
ГОСТ 3773—72	3.12.1
ГОСТ 3776—78	3.7.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4147—74	3.6.1
ГОСТ 4204—77	3.7.1, 3.10.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1, 3.10.1, 3.12.1, 3.15.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.16
ГОСТ 4521—78	3.2.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1
ГОСТ 5457—75	3.15.1
ГОСТ 6563—75	3.4
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.10.1, 3.12.1, 3.15.1
ГОСТ 10485—75	3.13
ГОСТ 10555—75	3.11, Приложение 2
ГОСТ 10671.4—74	3.5
ГОСТ 10671.5—74	3.8
ГОСТ 10671.6—74	3.9
ГОСТ 17319—76	3.14
ГОСТ 18300—87	3.10.1
ГОСТ 20288—74	3.6.1, 3.7.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.10.1, 3.12.1, 3.15.1, 3.16
ГОСТ 25794.3—83	3.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. Ограничение срока действия снято по Протоколу Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)
6. ИЗДАНИЕ (август 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1987 г., мае 1992 г. (ИУС 5—87, 8—92)

---

Переиздание (по состоянию на июль 2008 г.)

**ПРИМЕЧАНИЕ ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»**

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

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *М.И. Першина*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 05.08.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,80. Тираж 87 экз. Зак. 788.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6