

**Изменение № 3 ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартов и метрологии СССР от 25.09.91 № 1498**

**Дата введения 01.05.92**

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «Допускается изготовление фтористого натрия по ИСО 6353/3—87 (Р.88) (см. приложение 1) и проведение анализов по МС ИСО 6353/1—82 (см. приложение 2);

четвертый абзац. Заменить слово и дату: «Молекулярная» на «Относительная молекулярная», 1971 на 1985;

дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункт 1.1. Первый абзац. Заменить слово: «физико-химическим» на «химическим»;

таблица. Графа «Наименование показателя». Показатели 3, 4, 9 изложить в новой редакции:

«3. Массовая доля кислоты (в пересчете на HF), %, не более

4. Массовая доля щелочи (в пересчете на Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), %, не более

9. Массовая доля суммы свинца, меди и марганца (Pb+Cu+Mn) %, не более».

Пункт 2а.1. изложить в новой редакции: «2а.1. Фтористый натрий вызывает острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем. При попадании на кожу и слизистые оболочки вызывает ожоги.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны (в пересчете на фтор-ион) — 1 мг/м<sup>3</sup> (максимально разовая) и 0,2 мг/м<sup>3</sup> (средне-сменная). Класс опасности — II по ГОСТ 12.1.005—88».

Пункт 2а.2. Заменить слова: «на поглощении фтористого водорода раствором ализаринкомплексоната лантана» на «на взаимодействии фтор-иона с ализаринкомплексонатом лантана».

Пункт 2а.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки, головной убор), а также соблюдать правила личной гигиены».

Пункт 2а.4. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной механической вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией».

*(Продолжение см. с. 86)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 4463—76)

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю сульфатов, железа, кремния и суммы свинца, меди и марганца изготовитель определяет в каждой 2-й партии».

Пункт 3.1а дополнить абзацем: «При проведении взвешивания применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛЭ-200 г или ВЛКТ-500 г-М.

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

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть менее 100 г» на «должна быть не менее 50 г».

Пункт 3.2.1. Наименование. Заменить слово: «Приборы» на «Аппаратура»; первый абзац. Заменить значение и слова: 100 на (105±5), «с мелкими отверстиями» на «с отверстиями не более 0,4 мм»;

дополнить абзацами (после первого):

«бюретка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

капельница 1(2, 3)—50 ХС по ГОСТ 25336—82;

стаканы В-1—50,500(1000) ТХС по ГОСТ 25336—82;

стаканы вместимостью 100 см<sup>3</sup> и 300—500 см<sup>3</sup>, изготовленные из фторопласта-4 по ГОСТ 10007—80 или полиэтилена;

ситя с сеткой типа «В» (высокой точности) по ГОСТ 6613—86 с номинальным размером стороны ячейки от 0,4 до 1,0 мм;

термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С по ГОСТ 28498—90, ценой деления 0,2 °С и допускаемой погрешностью ±0,2 °С;

секундомер СОПр-2а-3—221;

цилиндр 1(3)—100(50) по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац. Заменить слова: «30%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»;

третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

пятый абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»; готовят по ГОСТ 4517—87»;

седьмой абзац. Заменить слова: «0,1%-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5171—84, раствор с массовой долей 0,1 %»; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

восьмой абзац изложить в новой редакции:

«фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

(Продолжение см. с. 87)

одинадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87»;

последний абзац исключить.

Пункт 3.2.2.2. Первый абзац. Заменить значение: 100 на  $(105 \pm 5)$ ; четвертый абзац изложить в новой редакции: «Масса катионита пригодна для 8—10 определений при концентрации раствора не выше 0,1 моль/дм<sup>3</sup> фтористого натрия».

Пункт 3.2.3. Первый абзац. Заменить слова: «со скоростью» на «скоростью потока», «титруют» на «титруют из бюретки».

Пункт 3.2.4. Первую формулу изложить в новой редакции:

$$X = \frac{V \cdot 0,004199 \cdot 100}{m};$$

экспликация. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

« $X_2$  — массовая доля кислоты (в пересчете на HF), определяемая по п. 3.4, %»;

шестой абзац исключить;

последний абзац после слова «определений» изложить в новой редакции: «абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,3 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,5$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Второй, третий, шестой, седьмой абзацы исключить;

девятый абзац. Заменить обозначение: 1—250 на 1(3)—250;

дополнить абзацем: «Электрошкаф сушильный лабораторный СНОЛ-3,5.3.5.3, 5/3, 5-И1 с номинальной температурой нагрева в рабочем пространстве 350 °С; точностью автоматического регулирования температуры в установившемся тепловом режиме  $\pm 2$  °С».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «5,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 30 мин»;

второй абзац. Заменить слова: «на весах с ценой деления 0,0001 г» на «(результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

третий — пятый абзацы исключить;

дополнить абзацами: «Массовую долю нерастворимых в воде веществ ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса остатка после высушивания, г;

$m$  — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,005 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,008$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Наименование изложить в новой редакции:

«3.4. Определение массовой доли кислоты (в пересчете на HF) или массовой доли щелочи (в пересчете на  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )».

Пункт 3.4.1. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

четвертый абзац после слова «(индикатор)» дополнить словами: «по ТУ 6—09—5170—84»;

девятый абзац. Заменить слова: «на рН-метре» на «универсальном иономере»;

десятый абзац исключить;

(Продолжение см. с. 88)

тринадцатый абзац. Заменить обозначение: 1—100 на 1(3)—100;

дополнить абзацами:

«стакан В-1,—150 ТХС по ГОСТ 25336—82;

иономер универсальный ЭВ-74».

Пункт 3.4.2. Первый, второй абзацы. Заменить слово: «титруют» на «титруют из бюретки»;

дополнить абзацем: «Допускается точку эквивалентности фиксировать с помощью универсального иономера. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, измеряют рН анализируемого раствора. При рН раствора более 7,0 анализируемый раствор титруют из бюретки раствором соляной кислоты до рН, равного 7,0 (V). При рН раствора менее 7,0 анализируемый раствор титруют из бюретки раствором гидроксида натрия до рН, равного 7,0 (V<sub>1</sub>)».

Пункт 3.4.3. Первый абзац. Заменить слова: «Щелочность препарата» на «Массовую долю щелочи (в пересчете на Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) в препарате»;

второй абзац. Заменить слова: «Кислотность препарата» на «Массовую долю кислоты (в пересчете на HF) в препарате»;

вторая формула. Заменить обозначение: V на V<sub>1</sub>;

последний абзац после слова «определений» изложить в новой редакции:

«абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,01. %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,005$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.5. Первый абзац. Заменить слова: «25%-ного раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %»; исключить слово: «кипящей» (2 раза);

второй абзац до слова «Чашку» изложить в новой редакции: «Затем сухой остаток растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты (х. ч. по ГОСТ 9656—75) с массовой долей 3 % и 20 см<sup>3</sup> воды. К раствору прибавляют 1 каплю раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и нейтрализуют раствором аммиака (х. ч. по ГОСТ 3760—79) с массовой долей 10 % до появления желтой окраски. При необходимости раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячей водой, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>»;

третий абзац. Заменить слова: «в коническую колбу вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>» на «пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>»;

шестой абзац. Заменить слово: «Препарат» на «При визуальном нефелометрическом определении препарат»;

восьмой абзац. Заменить значение: 0,10 на 0,10 мг;

дополнить абзацами (после восьмого): «При фототурбидиметрическом определении за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 30$  % при доверительной вероятности 0,95»;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.6. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и растворяют при тщательном перемешивании в 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты (х. ч. по ГОСТ 9656—75) с массовой долей 3 %, 10 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. При необходимости раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> при фототурбидиметрическом методе или в коническую колбу с меткой на 40 см<sup>3</sup> при визуальном нефелометрическом методе через обеззоленный фильтр «синяя лента», который предварительно промывают горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Коническую колбу смывают 7—8 см<sup>3</sup> воды, которую фильтруют через тот же фильтр в ту же мерную колбу и далее определение проводят фототурбидиметрическим (спо-

(Продолжение см. с. 89)

соб 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не добавляя азотную кислоту;

четвертый абзац. Заменить слово: «Препарат» на «При визуально-нефелометрическом определении препарат»;

пятый абзац. Заменить значение: 0,02 на 0,020;

шестой абзац. Заменить значение: 0,03 на 0,030;

дополнить абзацами (после шестого): «При фототурбидиметрическом определении за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 15 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 20$  % при доверительной вероятности 0,95»;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.7. Заменить слово: «доли» на «доли суммы».

Пункт 3.7.1. Второй абзац дополнить словами: «универсальный генератор УГЭ-4 и генератор типа ИВС-23 для обжига электродов»;

пятый абзац исключить;

десятый абзац изложить в новой редакции: «пластинки фотографические спектрографические типа ПФС-01 чувствительностью 3—6 относительных единиц по НТД или пластинки фотографические репродукционные штриховые технические ПФРШ-01Т»;

дополнить абзацем (после одиннадцатого):

«графит порошковый по ГОСТ 23463—79, ос. ч. 8—4»;

двенадцатый—шестнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«железа (III) оксид ос. ч. 2—4 по ТУ 6—09—1418—78»;

марганец (III) оксид ос. ч. 11—2 по ТУ 6—09—3364—78»;

медь (II) оксид по ГОСТ 16539—79»;

свинец (II) оксид по ТУ 6—09—5382—88»;

кремний двуокись ос. ч. 12—4 по ТУ 6—09—3379—79»;

восемнадцатый—двадцатый, двадцать второй—тридцатый абзацы исключить;

дополнить абзацем: «Проявляющий, фиксирующий растворы и режим химико-фотографической обработки пластинок выбирают согласно НТД на пластинки фотографические спектрографические ПФС в зависимости от их типа».

Пункт 3.7.2.1. Наименование. Заменить слово: «образцов» на «образцов сравнения»;

первый абзац. Заменить слова: «окиси» на «оксида» (четыре раза), «окиси кремния (IV)» на «двуокиси кремния» и «Окислы» на «Оксиды»;

второй абзац. Заменить слово: «окислы» на «оксиды»;

третий абзац. Заменить слова: «Образцы» на «Образцы сравнения»;

таблица. Головка. Заменить слова: «Номер образца» на «Номер образца сравнения»; «разбавляемого образца» на «разбавляемого образца сравнения»; и «втористого» на «фтористого»;

графа «Масса разбавляемого образца, г». Заменить слово: «образца» на «образца сравнения» (3 раза);

четвертый абзац. Заменить слово: «образца» на «образца сравнения»;

дополнить абзацем (после четвертого): «Рабочие образцы сравнения 1, 2, 3 для построения градуировочных графиков готовят перемешиванием 2,00 г каждого из образцов I, II, III с 2,00 г порошкового графита в контейнерах на приборе ИС с пятью шариками в течение 10 мин»;

пятый абзац. Заменить слово: «образцы» на «рабочие образцы сравнения».

Пункт 3.7.2.2 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«1,50 г препарата измельчают и перемешивают с 1,50 г порошкового графита в контейнерах на приборе ИС с пятью шариками в течение 15 мин».

Пункт 3.7.2.3. Наименование изложить в новой редакции: «3.7.2.3. Условия анализа; Первый абзац. Заменить слово: «постоянного» на «постоянного или переменного».

Пункт 3.7.3. Первый абзац изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 90)

«Перед анализом электроды обжигают в дуге переменного тока или искре при силе тока 12 А в течение 15 с»;

второй абзац. Заменить слово: «образцы I, II, III» на «рабочие образцы сравнения 1, 2, 3».

Пункт 3.7.4. Третий абзац. Заменить слова: «образцов I, II, III» на «рабочих образцов сравнения 1, 2, 3»;

пятый абзац исключить;

шестой абзац после слова «определений» изложить в новой редакции: «абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допустимое расхождение, равное для железа 0,002 %, для кремния 0,008 %, для свинца, меди и марганца по 0,0009 %»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,00085$  % для железа,  $\pm 0,0035$  % для кремния и  $\pm 0,00075$  % для суммы свинца, меди и марганца».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Вид и тип тары: 2—9 и 11—1»;

третий абзац дополнить обозначениями: VI и VII;

дополнить абзацем: «Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77. На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс опасности 6, подкласс 6.1, черт. 66, классификационный шифр 6163) и серийный номер ООН 1690».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

**«ПРИЛОЖЕНИЕ 1**  
**Обязательное**

**МС ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа. Часть 3: Технические условия — Вторая серия»**

**Р.88 Фторид натрия NaF**

Удельная масса молекулы: 41,99

Р.88.1. Техническое описание

Массовая доля (NaF), %, не менее . . . . .	99
Массовая доля веществ нерастворимых в воде, %, не более . . . . .	0,02
Кислотность (выражена в миллимолях Н <sup>+</sup> ), не более . . . . .	2,5/100 г
Щелочность (выражена в миллимолях ОН <sup>-</sup> ), не более . . . . .	2/100 г
Массовая доля хлоридов, %, не более . . . . .	0,003
Массовая доля гексафторосиликата (SiF <sub>6</sub> ), %, не более . . . . .	0,01
Массовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, не более . . . . .	0,01
Массовая доля тяжелых металлы (Pb), %, не более . . . . .	0,001
Массовая доля железа (Fe), %, не более . . . . .	0,002
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более . . . . .	0,3

Р.88.2. Приготовление испытуемого и эталонного растворов

Р.88.2.1. Испытуемый раствор

В платиновой чашке к 7 г продукта добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха. Повторяют эту процедуру трижды, затем растворяют остаток в воде, разбавляют до 50 см<sup>3</sup> (при необходимости раствор фильтруют).

Р.88.2.2. Эталонный раствор

В платиновой чашке к 2 г продукта добавляют 5 см<sup>3</sup> сульфатного раствора сравнения I (5 см<sup>3</sup>  $\pm 0,01$  % SO<sub>4</sub>) и далее следует поступать, так же как описано в п. Р.88.2.1, используя такое же количество реагентов.

Р.88.3. Проведение анализа

Р.88.3.1. Определение массовой доли основного вещества (NaF)

Около 0,15 г продукта взвешивают с погрешностью 0,0001 г, растворяют в 25 см<sup>3</sup> воды. Полученный раствор пропускают через ионообменную колонну (Продолжение см. с. 91)

(диаметр колонны около 15 мм), загруженную приблизительно на высоту 30 см<sup>3</sup> катиообменным полимером «Амберлит 1 (H<sup>+</sup>)», предварительно промытой водой до состояния, когда промывающий раствор становится нейтральным. Промывают водой и собирают элюат и промывной раствор в полиэтиленовый химический стакан. Проводят титрование с помощью титрованного раствора гидроокиси натрия концентрации точно  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> в присутствии раствора фенолфталеина.

1,00 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, соответствует 0,0042 г NaF.

Раствор фенолфталеина готовят растворением 2,5 г фенолфталеина в 250 см<sup>3</sup> этанола с массовой долей 95 %.

**Р.88.3.2. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в воде**

Анализ проводят по ОМ 1\* из навески 10 г.

Масса остатка не должна превышать 2 мг.

**Р.88.3.3. Определение кислотности и щелочности**

Растворяют 2 г образца в 60 см<sup>3</sup> (в платиновой чашке), добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого калия с массовой долей 30 % и 0,3 см<sup>3</sup> раствора фенолфталеина (п. Р 88.3.1), охлаждают до 0 °С.

Если раствор окажется бесцветным, то проводят титрование с помощью раствора гидроокиси натрия концентрации точно  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, пока розовая окраска не окажется стабильной в течение 15 с. Объем раствора гидроокиси натрия не должен превышать 0,5 см<sup>3</sup>.

Если исходный раствор будет иметь розовую окраску, проводят титрование с помощью раствора соляной кислоты концентрации точно  $c(\text{HCl})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, пока раствор не станет бесцветным. Объем раствора соляной кислоты не должен превышать 0,4 см<sup>3</sup>.

Полученный раствор используют для анализа по п. Р.88.3.5.

**Р.88.3.4. Определение массовой доли хлоридов**

Растворяют 0,5 г продукта в 20 см<sup>3</sup> воды, добавляют 0,2 г борной кислоты и далее определение проводят по ОМ 2\*.

Готовят раствор сравнения, используя 1,5 см<sup>3</sup> хлоридного раствора сравнения II ( $1,5 \text{ см}^3 \approx 0,003 \% \text{ Cl}$ ).

**Р.88.3.5. Определение массовой доли гексафторосиликата**

Раствор, полученный по п. Р.88.3.3, доводят до кипения. Если раствор бесцветный, проводят титрование с помощью раствора гидроокиси натрия концентрации точно  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> до стабильной розовой окраски.

1,00 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,00355 г.

Объем гидроокиси натрия раствора не должен превышать 0,55 см<sup>3</sup>.

**Р.88.3.6. Определение массовой доли сульфатов**

Берут 20 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (п. Р.88.2.1) и далее определение проводят по ОМ 3\*.

Готовят раствор сравнения, используя 20 см<sup>3</sup> эталонного раствора (п. Р.88.2.2).

**Р.88.3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов**

Растворяют 2 г продукта в 55 см<sup>3</sup> воды, нагревая в платиновой чашке. Помещают полученный раствор в полиэтиленовый химический стакан, доводят рН до интервала 3—4 с помощью уксусной кислоты и разбавляют до 60 см<sup>3</sup> (раствор А).

Берут 40 см<sup>3</sup> раствора А и далее определение проводят по ОМ 7\*.

Готовят раствор сравнения, используя 10 см<sup>3</sup> раствора А и 1 см<sup>3</sup> раствора сравнения II ( $1 \text{ см}^3 \approx 0,001 \% \text{ Pb}$ ).

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

**Р.88.3.8. Определение массовой доли железа**

Берут 10 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (п. Р.88.2.1) и далее определение проводят по ОМ 8.1\*.

Готовят раствор сравнения, используя 1 см<sup>3</sup> раствора сравнения I (1 см<sup>3</sup> = 0,002 % Fe).

**Р.88.3.9. Определение массовой доли потерь после высушивания**

Проводят обеззоливание 2 г продукта при 150 °С до получения постоянной массы.

Масса потерь при высушивании не должна превышать 6 мг.

**ПРИЛОЖЕНИЕ 2**  
**Обязательное**

**МС ИСО 6353/1—82 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА.**

**Часть 1. Общие методы испытаний»**

**5.1. Нерастворимые в воде вещества (ОМ 1)**

Растворяют указанную навеску настолько полно, насколько это возможно, в подходящем объеме кипящей воды, охлаждают и фильтруют через стеклянный пористый фильтр № 40 (диаметр ПОР 16—40 мм), предварительно высушенный в течение 1 ч при (105±2) °С, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок промывают водой, сушат в течение 1 ч при (105±2) °С, охлаждают в эксикаторе и затем вновь взвешивают с точностью 0,1 мг. Разность взвешиваний дает массу остатка.

**5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)**

Указанный объем испытуемого раствора подкисляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 1 см<sup>3</sup> азотнокислого серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %. Через 2 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией раствора сравнения.

**5.3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)**

0,25 см<sup>3</sup> раствора сернокислого калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 20 % смешивают с 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария с массовой долей 25 %. Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем испытуемого раствора, предварительно подкисленного 0,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %. Через 5 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией раствора сравнения.

**5.7. Определение массовой доли тяжелых металлов (Pb) (ОМ 7)**

Прибавляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % к указанному объему испытуемого раствора и насыщают его сероводородом или используют подходящий объем сероводородной воды.

Сравнивают коричневую окраску анализируемого раствора и раствора сравнения.

**5.8.1. Определение железа (ОМ 8.1)**

Метод с использованием 1,10 фенатролина (ОМ 8.1) и ГОСТ 10555—75

(ИУС № 12 1991 г.)