

**Группа Л52**

**Изменение № 2 ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)**

**Дата введения 1995—07—01**

**Вводная часть. Последний абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.)— 136,08»;**

**дополнить абзацем: «Допускается изготовление 3-водного уксуснокислого натрия по приложению 1 и проведение анализов по приложению 2».**

*(Продолжение см. с. 32)*

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 199—78)*

Пункт 3.1. Заменить значение: 610 г на 585 г.

Пункт 3.2а. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г, ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М.

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

Пункт 3.2. Второй абзац перед словом «концентрации» дополнить словом «молярной».

Пункт 3.3.1. Последний абзац. Заменить обозначение: 1(2)—500 на 1(2)—500—2;

дополнить абзацем: «Чашка ЧВК-2—100 по ГОСТ 25336—82».

*(Продолжение см. с. 33)*

Пункт 3.3.2. Первый абзац до слов «Затем раствор» изложить в новой редакции: «100,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды. Стакан накрывают часовым стеклом или чашкой и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане».

Пункт 3.4.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Бюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup> и ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>;

третий абзац. Заменить обозначение: 1(3)—50(100) на 1(3)—50(100)—2; пятый, шестой абзацы перед словом «концентрации» дополнить словами: «молярной».

Пункт 3.4.2. Формула. Эμπликацию перед словом «концентрации» дополнить словом: «молярной» (2 раза); после слова «соответствующая» изложить в новой редакции: «1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> или раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г»;

последний абзац после слова «абсолютная» дополнить словом: «суммарная».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить единицу физической величины: мл на см<sup>3</sup>.

Пункт 3.7. Первый абзац изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную (при определении фототурбидиметрическим методом) или коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> с меткой на 40 см<sup>3</sup> (при определении визуально-нефелометрическим методом) и растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды. Затем прибавляют 3,5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, нагревают до кипения и охлаждают. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом, не прибавляя раствор азотной кислоты»;

третий, четвертый абзацы. Заменить значение: 0,02 мг на 0,020 мг.

Пункт 3.8.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Пипетки вместимостью 1 или 2 см<sup>3</sup> и пипетки вместимостью 5 или 10 см<sup>3</sup>;

третий абзац. Заменить обозначение: 1(3)—25 на 1(3)—25—2;

пятый абзац дополнить словами: «готовят по ГОСТ 4517—87»;

последний абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> Al».

Пункт 3.10.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Пипетки вместимостью 1 или 2 см<sup>3</sup> и пипетки вместимостью 5 или 10 см<sup>3</sup>;

последний абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> Са».

Пункт 3.11.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Пипетки вместимостью 1 или 2 см<sup>3</sup> и пипетки вместимостью 5 или 10 см<sup>3</sup>;

четвертый абзац дополнить словами: «готовят по ГОСТ 4517—87»;

пятый абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> Mg».

Пункт 3.11а.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «Пипетки вместимостью 1 или 2 см<sup>3</sup> и пипетки вместимостью 5 или 10 см<sup>3</sup>;

седьмой абзац перед словом «концентрации» дополнить словом: «молярной»; восьмой абзац. Заменить слова: «содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> Са (раствор А)»

на «массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> Са (раствор А)»;

девятый абзац. Заменить слова: «содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> М (раствор Б)» на «массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> Mg (раствор Б)».

Пункт 3.12. Второй абзац изложить в новой редакции: «Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромно-

ртутной бумаги при взаимодействии с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромртутной бумаги при взаимодействии с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме;

последний абзац. Заменить слова: «двухлористого олова» на «хлорида олова (II)».

Пункт 4.1. Последний абзац изложить в новой редакции: «На транспортную тару наносят манипуляционные знаки: «Верх» и «Хрупкое. Осторожно» (для стеклянной потребительской тары) по ГОСТ 14192—77».

Пункт 6.3. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1 Обязательное

### ИСО 6353—2—82 Реактивы для химического анализа. Часть 2.

#### Технические условия. Первая серия

#### Р29. Натрий уксуснокислый 3-водный $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Относительная молекулярная масса — 136,08

##### Р 29.1. Технические требования

Массовая доля 3-водного уксуснокислого натрия $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , %, не менее	99
pH раствора с массовой долей 5 %	7,5—9
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,0005
Массовая доля фосфатов, %, не более	0,0005
Массовая доля сульфатов, %, не более	0,002
Массовая доля алюминия, %, не более	0,0005
Массовая доля кальция, %, не более	0,002
Массовая доля меди, %, не более	0,0005
Массовая доля железа, %, не более	0,0005
Массовая доля свинца, %, не более	0,0005
Массовая доля калия, %, не более	0,005
Массовая доля веществ, восстанавливающих $\text{KMnO}_4$ в пересчете на $\text{HCOOH}$ , %, не более	0,005

##### Р 29.2. Приготовление испытуемого раствора

Растворяют 20 г образца в 100 см<sup>3</sup> воды и разбавляют до 200 см<sup>3</sup>.

##### Р 29.3. Проведение анализа

##### Р 29.3.1. Определение массовой доли 3-водного уксуснокислого натрия

Около 0,4 г образца взвешивают с точностью до 0,0001 г и растворяют в 25 см<sup>3</sup> уксусной кислоты.

К полученному раствору прибавляют 0,4 см<sup>3</sup> уксуснокислого раствора 1-нафтолбензола с массовой долей 0,1 % и титруют раствором хлорной кислоты молярной концентрации точно с ( $\text{HClO}_4$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, в присутствии уксусной кислоты до появления зеленой окраски.

1,00 см<sup>3</sup> раствора хлорной кислоты молярной концентрации с ( $\text{HClO}_4$ ) = 0,100 моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,01361 г  $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .

##### Р 29.3.2. Определение pH раствора с массовой долей 5 %

Определение проводят в соответствии с ОМ 3л.1\* с использованием стеклянного индикаторного электрода.

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

**Р 29.3.3. Определение массовой доли хлоридов**

Берут 20 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р 29.2) и анализируют в соответствии с ОМ 2\*, используя вместо раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см<sup>3</sup> хлоридного раствора сравнения II (1 см<sup>3</sup> = 0,0005 % Cl).

Хлоридный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,65 г NaCl растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р 29.3.4. Определение массовой доли фосфатов**

Берут 20 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р 29.2) прибавляют 50 см<sup>3</sup> воды и анализируют в соответствии с ОМ 4\*.

Готовят контрольный раствор, используя 1,5 см<sup>3</sup> фосфатного раствора сравнения II (1,5 см<sup>3</sup> = 0,0005 % PO<sub>4</sub>).

Фосфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,43 г KН<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р 29.3.5. Определение массовой доли сульфатов**

Берут 20 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р 29.2) и 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 в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,81 г K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р 29.3.6. Определение массовой доли алюминия**

Берут 15 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р 29.2) и анализируют в соответствии с ОМ 9\*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р 29.2) и 0,5 см<sup>3</sup> алюминийсодержащего раствора сравнения II (0,5 см<sup>3</sup> = 0,0005 % Al).

Алюминийсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: смесь 17,60 г KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O и 10 см<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> с массовой долей 25 % растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р 29.3.7. Определение массовой доли кальция**

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

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

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

**Р 29.3.8. Определение массовой доли меди и свинца**

Определение проводят методом анодной растворяющей вольтамперометрии в соответствии с ОМ 33\* при использовании раствора 1 г образца в 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с молярной концентрацией точно с (1/2 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Рабочий электрод	. . . . .	Hg
Электрод сравнения	. . . . .	Ag/AgCl, насыщенный KCl
Первоначальный потенциал	. . . . .	—0,75 В
Потенциалы пика	. . . . .	Cu: +0,185 В
		Pb: —0,31 В
Определение	. . . . .	По методу до- бавок

**Р 29.3.9. Определение массовой доли железа**

Берут 25 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р 29.2), нейтрализованного раствором соляной кислоты с массовой долей 25 %, и анализируют в соответствии с ОМ 8.1\*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см<sup>3</sup> испытуемого раствора (Р 29.2) и 1 см<sup>3</sup> железосодержащего раствора сравнения II (1 см<sup>3</sup> = 0,0005 % Fe).

Железосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением в мерной колбе основного раствора в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: смесь 8,63 г NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O и 10 см<sup>3</sup> раствора H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> с массовой долей 25 % растворяют в воде, разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**Р 29.3.10. Определение массовой доли калия**

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

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
K	4	Кислород-ацетилен	766,5

**Р 29.3.11. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих KMnO<sub>4</sub>**

Растворяют 10 г образца в 100 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия с молярной концентрацией точно с 1/5 KMnO<sub>4</sub> = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, кипятят в течение 5 мин и охлаждают.

Розовая окраска раствора не должна исчезнуть полностью. Прибавляют 2 г йодистого калия и 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20 % и

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

титруют раствором серноватистокислового натрия с молярной концентрацией точно  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания раствора. Одновременно проводят контрольное определение, используя те же количества всех реактивов, кроме раствора серноватистокислового натрия точной концентрации, исключая анализируемый образец.

Объем требуемого титранта, после учета контрольного опыта, не должен превышать  $0,25 \text{ см}^3$ .

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Обязательное

### ИСО 6353—1—82 Реактивы для химического анализа

#### Часть 1. Общие методы испытаний

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

Указанный объем испытуемого раствора (Р 29.3.3) подкисляют  $1 \text{ см}^3$  раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют  $1 \text{ см}^3$  раствора нитрата серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

Через 2 мин сравнивают опалесценцию анализируемого раствора с опалесценцией контрольного раствора.

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

$0,25 \text{ см}^3$  раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в этаноле с объемной долей 30 % смешивают с  $1 \text{ см}^3$  раствора дигидрата хлорида бария с массовой долей 25 % (затравочный раствор). Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем испытуемого раствора (Р 29.3.5), предварительно подкисленный  $0,5 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %.

Смеси дают стоять 5 мин и сравнивают ее помутнение с помутнением смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

##### 5.4. Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

$5 \text{ см}^3$  раствора молибдата аммония с массовой долей 10 % добавляют к указанному объему испытуемого раствора (Р 29.3.4). Доводят рН раствора до 1,8 и нагревают до кипения. Охлаждают, добавляют  $12,5 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют  $20 \text{ см}^3$  диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибденофосфатный комплекс добавлением  $0,2 \text{ см}^3$  раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в растворе соляной кислоты. Сравнивают интенсивность окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

##### 5.8. Определение массовой доли железа (ОМ 8.1)

Определение проводят с использованием 1,10-фенантролина, следуя указаниям ГОСТ 10555—75.

##### 5.9. Определение массовой доли алюминия (ОМ 9)

###### 5.9.1. Приготовление реактива алюминия

$0,25 \text{ г}$  алюминия (аммониевая соль ауристрикарбоновой кислоты) и  $5 \text{ г}$  арабийской камеди добавляют к  $250 \text{ см}^3$  воды и нагревают до растворения. В полученном растворе растворяют  $87 \text{ г}$  ацетата аммония.

Затем добавляют  $145 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и разбавляют водой до объема  $500 \text{ см}^3$ . При необходимости раствор фильтруют. Раствор годен в течение месяца.

(Продолжение см. с. 38)

### 5.9.2. Методика анализа

Пробу с указанным объемом испытуемого раствора (Р 29.3.6) нейтрализуют по лакмусу, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % и доводят рН раствора до 4,5 раствором аммиака с массовой долей 10 %. Затем к полученному раствору добавляют 0,1 см<sup>3</sup> тиюксусной кислоты и 3 см<sup>3</sup> реактива алюминона (п. 5.9.1), нагревают при температуре около 100 °С в течение 10 мин и охлаждают.

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

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

#### 5.29.1. Общие указания

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

#### 5.29.2. Методика анализа

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

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляют для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) 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.

### 5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

#### 5.30.1. Общие указания

Этот метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом смесью горючего газа и газа-окислителя. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью подходящей фотометрической системы с монохроматором или с фильтрами.

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

(Продолжение см. с. 39)



**5.30.2. Методика анализа**

Методика сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реактива.

**5.31.1. Определение рН (ОМ 31.1)****5.31.1.1. Общие положения**

Рассмотрим гальванический элемент: электрод сравнения — насыщенный раствор КСl — раствор  $R/pi-H_2$ .

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 потенциалов 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:

$$\frac{E_1 - E_{ис}}{S} + pH_{R_1};$$

$$\frac{E_2 - E_{ис}}{S} + pH_{R_2},$$

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

$S$  — угловой коэффициент:

$$S = \left( \frac{m}{pH} \right) = \frac{E_1 - E_2}{pH_{R_1} - pH_{R_2}}.$$

**5.31.1.2. Аппаратура**

рН-метр со стеклянным 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 буферные растворы с известной активностью ионов водорода, например:

- а) оксалатный буферный раствор;
- б) тартратный буферный раствор;
- в) фталатный буферный раствор;
- г) фосфатный буферный раствор;
- д) боратный буферный раствор;
- е) буферный раствор гидроксида кальция.

В табл. 3 приведены значения рН вышеперечисленных 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.

(Продолжение см. с. 40)

Таблица 3

Температура, °С	рН буферных растворов					
	оксала- ного	тарtrat- ного	фталат- ного	фосфат- ного	боратного	гидроксида кальция
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

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.

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 в течение 1 мин.

**5.33. Вольтамперометрия анодного растворения (инверсионная вольтамперометрия) (ОМ 33)**

#### 5.33.1. Общие указания

Вольтамперометрия анодного (или катодного) растворения или инверсионная вольтамперометрия применяется для определения следов ионов, в особенности ионов тяжелых металлов. В этом методе используется стационарный электрод, который может представлять собой висющую каплю ртути или твердый электрод, изготовленный, например, из углерода или из платины.

Определяемые вещества сначала осаждают на стационарном электроде из перемешиваемого анализируемого раствора, прикладывая к электроду постоянный потенциал. В случае анализа катионов тяжелых металлов они соответственно восстанавливаются до металла, образуя амальгамы на поверхности висящей ртутной капли. На этой стадии происходит концентрирование определяемых веществ на электроде.

Затем знак потенциала электрода меняют на обратный (для анализа ионов тяжелых металлов с отрицательного на положительный) и постепенно увеличивают по абсолютной величине со временем. По мере перехода металлов в форме ионов с поверхности электрода в раствор снимают график зависимости силы тока от напряжения, пики на котором соответствуют концентрациям анализируемых ионов. Каждый металл характеризуется определенной величиной потенциала, при которой он переходит в виде ионов в раствор, а высота пика пропорциональна концентрации ионов этого металла в растворе (при условии постоянства условий анализа).

#### 5.33.2. Методика анализа

Готовят раствор для анализа, содержащий указанное количество поддерживающего электролита в соответствии с описанием анализа данного конкретного реактива. Полученный раствор помещают в чистый полярографический ста-

(Продолжение см. с. 41)

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 199—78)*

кан. В стакан вносят стержень магнитной мешалки и проводят перемешивание с постоянной скоростью. В раствор вводят электроды и пропускают через раствор очищенный азот в течение 5 мин. Устанавливают соответствующую исходную разность потенциалов между рабочим электродом и электродом сравнения

*(Продолжение см. с. 42)*

*(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 199—78)*

и проводят электролиз в течение необходимого времени. Подробности проведения анализа можно найти в описании, относящемся к данному конкретному реактиву».

(ИУС № 2 1995 г.)