

**Изменение № 4 ГОСТ 2156—76 Натрий двууглекислый. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 19.05.92 № 492**

**Дата введения 01.11.92**

Вводную часть дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными; кроме пп. 8, 9, 10 таблицы».

Пункт 1.1. Таблицу дополнить примечанием — 3: «3. По согласованию с потребителем допускается выпускать продукт 2-го сорта с массовой долей хлоридов в пересчете на NaCl не более 0,7 %».

Пункт 2а.2 дополнить абзацем: «Предельно допустимая концентрация двууглекислого натрия в воздухе рабочей зоны составляет 5 мг/м<sup>3</sup>, класс опасности 3 в соответствии с ГОСТ 12.1.005—88».

Пункт 2.2. Третий абзац дополнить словами: «или при работе фасовочного автомата каждый час отбирают 4 пакета (пачки)».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.4: «2.4. Показатели 8, 9 и 10 таблицы изготовитель определяет периодически по требованию потребителя».

Пункт 3.1. Первый абзац после слов «3/4 глубины» дополнить словами: «Точечные пробы из специализированных мягких контейнеров отбирают до герметизации шелевидным пробоотборником по ГОСТ 21560.0—82 или другого типа».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить ссылку: 0,5 кг на 0,25 кг;

третий абзац после обозначения «ч.д.а.» изложить в новой редакции: «При проведении анализов допускается применять другие типы посуды, другие реактивы, средства измерения и оборудование, (включая импортные), не уступающие по качеству и классу точности приведенным в стандарте»;

*(Продолжение см. с. 92)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 2156—76)*

дополнить абзацами: «Допускается применение других методов анализа, обеспечивающих установленные настоящим стандартом допускаемые расхождения между результатами параллельных определений.

При разногласиях в оценке показателя качества анализ проводят методами, приведенными в настоящем стандарте».

Пункт 3.4.1а. Наименование дополнить словами: «и реактивы»;

первый абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 200 г»;

дополнить абзацами: «эксикатор любого типа по ГОСТ 25336—82;

силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при температуре 150—180 °С, или кальций хлористый, прокаленный при температуре 250—300 °С».

Пункт 3.4.1 изложить в новой редакции: «3.4.1. В предварительно прокаленном и взвешенном тигле взвешивают от 2,0 до 2,5 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), тигель с навеской прокаливают при 280—300 °С и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Прокаливание проводят до достижения постоянной массы (разница между результатами предыдущего и последующего взвешиваний не должна превышать 0,0005 г)».

Пункт 3.4.2. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,25 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.5.1. Третий абзац после слов «(индикатор)» изложить в новой редакции: «водный раствор с массовой долей 0,1 %»;

*(Продолжение см. с. 93)*

пятый абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 200 г»;

седьмой абзац. Исключить слова: «или аналогичного типа»;  
дополнить абзацами: «стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82;  
колба Кн-1—250—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82;  
цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.5.2 до слова «растворяют» изложить в новой редакции (кроме наименования): «Взвешивают от 2,0 до 2,5 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу».

Пункт 3.5.3. Экспликация ко второй формуле. Третий абзац изложить в новой редакции: «0,084 — масса двууглекислого натрия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации точно  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> или 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации точно  $c(\text{HCl}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>, г»;  
последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15 %, при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.6.1. Третий абзац. Заменить слова: «0,05 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,05 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «0,5 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,5 %»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «весы лабораторные по ГОСТ 24104—83 3-го или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г»;

одиннадцатый абзац. Исключить слова: «или подобного типа»;  
дополнить абзацами: «стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82;  
колба Кн-1—250—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82;  
цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.6.2 до слов «50 см<sup>3</sup> воды» изложить в новой редакции (кроме наименования): «Взвешивают от 19 до 21 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в коническую колбу, прибавляют».

Пункт 3.6.3. Формула. Экспликация. Третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: « $K$  — поправочный коэффициент (титр) раствора азотно-кислой ртути концентрации точно  $c(1/2 \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>;

0,005844 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора азотно-кислой ртути концентрации точно  $c(1/2 \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, г»;  
последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %, при доверительной вероятности  $P=0,95$ »;

дополнить абзацем: «Допускается определять массовую долю хлоридов по международному стандарту ИСО 2201—72 (приложение 1)».

Пункт 3.7.1. Второй абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 500 г»;

дополнить абзацем: «цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.7.2 после слов «арсиновым методом» дополнить словами: «(способ 2)».

Пункт 3.8.1. Шестой, седьмой абзацы изложить в новой редакции: «весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно»;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82»;

восьмой абзац. Исключить слова: «или подобного типа»;

дополнить абзацами:

«стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82»;

«колбы мерные 1—500(1000)—2 по ГОСТ 1770—74»;

(Продолжение см. с. 94)

цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.9.1. Первый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

третий абзац. Заменить слова: «5 %-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 5 %»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «раствор Б, содержащий 0,01 мг  $Fe^{3+}$  в 1 см<sup>3</sup>, готовят точным разбавлением водой 10 см<sup>3</sup> раствора А до 1 дм<sup>3</sup>; годен свежеприготовленным»;

шестой абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

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

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «бюретка 3—2—10—0,05 по ГОСТ 20292—74»;

двенадцатый абзац. Исключить слова: «или подобного типа»;

тринадцатый абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 500 г»;

дополнить абзацами: «колбы мерные 1—100 (250, 500, 1000)—2 по ГОСТ 1770—74»;

цилиндры 1—5 (25, 50, 100) по ГОСТ 1770—74»;

пипетки 2—2—10 (25, 50) по ГОСТ 20292—74»;

стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82».

Пункт 3.9.3. Первый абзац до слова «прибавляют» изложить в новой редакции: «Взвешивают от 9 до 11 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>».

Пункт 3.9.4. Второй абзац (после экспликации) изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности  $P=0,95$ »;

дополнить абзацем: «Допускается определять массовую долю железа по международному стандарту ИСО 2460—73 (приложение 2) со следующими дополнениями:

в случае нерастворения реактива 1,10-фенантролина (п. 4.6) навеску следует обработать 25 см<sup>3</sup> этилового спирта с последующим растворением в воде;

в случае использования соляной кислоты (п. 6.4.1) с массовой долей HCl менее 38 % следует брать для растворения навески 90 см<sup>3</sup> воды вместо 120 см<sup>3</sup>».

Пункт 3.10.1. Восьмой абзац изложить в новой редакции:

«Раствор Б, содержащий 0,1 мг  $Ca^{2+}$  в 1 см<sup>3</sup>, готовят точным разбавлением водой 10 см<sup>3</sup> раствора А до 100 см<sup>3</sup>; годен свежеприготовленным»;

десятый абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 500 г»;

дополнить абзацами: «стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82»;

колба мерная 1—100—2 по ГОСТ 1770—74»;

пипетки 2—2—1 (10) по ГОСТ 20292—74»;

бюретка 3—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.11.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Раствор Б, содержащий 0,01 мг  $SO_4^{2-}$  в 1 см<sup>3</sup>, готовят точным разбавлением водой 10 см<sup>3</sup> раствора А до 1 дм<sup>3</sup>; годен свежеприготовленным»;

седьмой абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 500 г»;

дополнить абзацами: «колбы мерные 1—50 (1000) по ГОСТ 1770—74»;

стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82»;

цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74»;

стакан Н-1—100 ТС по ГОСТ 25336—82»;

пипетки 2—2—1 (10) по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.12.1а. Второй абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 200 г»;  
четвертый абзац изложить в новой редакции: «стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82»;

дополнить абзацем: «эксикатор любого типа по ГОСТ 25336—82».

Пункт 3.12.1 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«Взвешивают от 3,0 до 3,2 г двууглекислого натрия (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и сушат в эксикаторе над серной кислотой в предварительно высушенном при тех же условиях стаканчике для взвешивания. Высушивание проводят до достижения постоянной массы (разница между результатами предыдущего и последующего взвешиваний не должна превышать 0,0005 г)».

Пункт 3.12.2. Формула. Эμπликация. Заменить слова: «бюксы» на «стаканчика» (2 раза);

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.13.1. Первый абзац. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Раствор Б, содержащий 0,01 мг  $\text{NH}_4^+$  в 1 см<sup>3</sup>, готовят точным разбавлением водой 5 см<sup>3</sup> раствора А до 500 см<sup>3</sup>; годен свежеприготовленным»;

шестой абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 500 г»;

дополнить абзацами: «стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82;

цилиндры 1—5 (50) по ГОСТ 1770—74;

пипетки 2—2—1 (5) по ГОСТ 20292—74;

колба мерная 1—500 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.14.1. Первый абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»;

второй абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

третий абзац. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Раствор Б, содержащий 0,01 мг  $\text{Pb}^{2+}$  в 1 см<sup>3</sup>, готовят точным разбавлением водой 5 см<sup>3</sup> раствора А до 500 см<sup>3</sup>; годен свежеприготовленным»;

седьмой абзац. Заменить слова: «или аналогичного типа» на «с наибольшим пределом взвешивания 500 г»;

дополнить абзацами: «стаканчик СН-34/12 по ГОСТ 25336—82;

пипетки 2—2—1 (2,5) по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74;

колба мерная 1—500 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2226—75 на ГОСТ 2226—88.

Пункт 4.2. Заменить ссылку и слова: ГОСТ 6420—73 на ТУ 10.684—88: «или других форм и размеров по согласованию с потребителем» на «или другой НТД, массой от 100 до 500 г»;

дополнить абзацем (после первого): «Допускается упаковывать двууглекислый натрий в мелкую потребительскую тару — пакеты массой от 5 до 100 г, изготовленные из ламинированной бумаги, фольги по ГОСТ 745—79, полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82 или других термосвариваемых материалов, разрешенных к применению государственными санитарными органами».

Отклонения от установленной массы нетто пакетов с двууглекислым натрием не должны превышать:

±10 % при расфасовке по 5 г;

±7 % при расфасовке от 5 до 25 г включительно;

(Продолжение см. с. 96)

$\pm 5\%$  при расфасовке от 25 до 100 г включительно».

Пункт 4.3 дополнить абзацем (после шестого): «При транспортировании двууглекислого натрия, упакованного в пачки или пакеты массой до 100 г, носят данные о количестве мелких упаковочных единиц».

Пункт 4.6. Третий абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 21929—76; после слов «по ГОСТ 26663—85» дополнить словами: «по согласованию с потребителями»; дополнить абзацем (после третьего): «По железной дороге двууглекислый натрий транспортируют повагонными отправками»;

четвертый абзац дополнить словами: «а также насыпью в специализированных контейнерах различных типов (СК-1—5 по ГОСТ 19668—74 или подобного типа контейнерах по другой НТД)».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

## «ПРИЛОЖЕНИЕ 1

### Рекомендуемое

## ИСО 2201—72 (А) «Бикарбонат натрия технический. Меркуриметрический метод определения содержания хлорида»

### 1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает меркуриметрический метод определения хлоридов в техническом бикарбонате натрия с содержанием хлора (в пересчете на NaCl) более 0,001 вес. %.

### 2. Сущность метода

Ион Cl титруют нитратом ртути в присутствии дифенилкарбазона в качестве индикатора.

### 3. Реактивы

В процессе определения следует применять дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1. Азотная кислота 68 %-ный (по весу) или 14 н. раствор (приблизительно) плотностью 1,40 г/мл.

3.2. Азотная кислота, 2 н. раствор (приблизительно).

3.3. Едкий натр, 2 н. раствор (приблизительно).

3.4. Хлористый натрий, 0,1 н. образцовый раствор, приготовленный следующим образом: 5,8443 г хлористого натрия, предварительно высушенного в течение 1 ч при температуре 500 °С и затем охлажденного в эксикаторе, взвешивают с точностью до 0,1 мг, растворяют в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки и перемешивают.

3.5. Контрольный раствор для титрования, приготовленный следующим образом: в коническую колбу вместимостью 500 мл помещают 200 мл воды и 3 капли раствора бромфенола синего и по капле добавляют раствор азотной кислоты до перехода синей окраски в желтую, после чего добавляют еще 3 капли кислоты. Затем приливают 1,0 мл раствора дифенилкарбазона и бюреткой соответствующий объем раствора нитрата ртути, необходимый для перехода желтой окраски раствора в розовато-лиловую (или добавляют одну каплю). Контрольный раствор готовят непосредственно перед применением.

3.6. Контрольный раствор для определения

Непосредственно перед использованием готовят контрольный раствор для определения таким же образом, как и раствор для титрования, с той лишь разницей, что в конце добавляют раствор нитрата ртути до перехода желтой окраски в розовато-лиловую (или добавляют приблизительно 0,5 мл).

3.7. Нитрат ртути, 0,1 н. титрованный раствор

3.7.1. Приготовление раствора

(Продолжение см. с. 97)

Растворяют 10,85 г окиси ртути (HgO) в 10 мл раствора азотной кислоты и разбавляют водой до 1000 мл. Полученный раствор стандартизируют по методу, описанному в п. 3.7.2, в случае необходимости доведя его до требуемой концентрации.

### 3.7.2. Установка титра раствора

В коническую колбу вместимостью 500 мл помещают 40,0 мл образцового раствора хлористого натрия, 160 мл воды и 3 капли раствора бромфенола синего. По капле добавляют раствор азотной кислоты до перехода синей окраски раствора в желтую, после чего добавляют еще 3 капли кислоты и затем 1,0 мл раствора дифенилкарбазона. Хлорид титруют раствором нитрата ртути, титр которого требуется установить до совпадения его цвета с цветом контрольного раствора для титрования, и затем удаляют соответствующий объем раствора нитрата ртути, добавленный при приготовлении контрольного раствора (приблизительно одну каплю).

Для успешного титрования рекомендуется брать 40,00 мл раствора.

3.8. Нитрат ртути, 0,01 н, титрованный раствор, приготовленный следующим образом: 100,0 мл раствора нитрата ртути помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, добавляют до метки и перемешивают.

3.9. Бромфенол синий, раствор в 95 %-ном (по объему) растворе этилового спирта концентрации 1 г/л.

3.10. Дифенилкарбазон, раствор в 95 %-ном (по объему) растворе этилового спирта концентрации 5 г/л.

## 4. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура.

## 5. Проведение испытания

### 5.1. Проба для анализа

40 г испытуемого образца взвешивают с точностью до 0,1 г.

### 5.2. Приготовление раствора для испытания

Пробу для анализа помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, доливают 100 мл воды, затем осторожно добавляют 30 мл раствора азотной кислоты. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 3 капли раствора бромфенола синего и азотную кислоту до перехода синей окраски в желтую. По капле добавляют раствор едкого натра до появления синей окраски, затем — раствор азотной кислоты до перехода в желтую окраску. После этого добавляют еще три капли кислоты. Затем разбавляют до объема приблизительно 200 мл.

### 5.3. Титрование

К полученному раствору добавляют 1,0 мл раствора дифенилкарбазона и титруют хлорид раствором нитрата ртути до совпадения его окраски с окраской контрольного раствора для определения.

## 6. Обработка результатов

Содержание хлорида в пересчете на хлористый натрий (NaCl), выраженное в весовых процентах, вычисляют по формуле

$$(V - V_1) \cdot \frac{100}{m} \cdot 0,0005845 = \frac{0,05845 \cdot (V - V_1)}{m},$$

где  $V$  — объем титрованного раствора нитрата ртути, израсходованный на титрование, мл;

$V_1$  — объем титрованного раствора нитрата ртути, израсходованный на приготовление контрольного раствора для определения, мл;

$m$  — масса пробы для анализа, г;

0,0005845 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 мл титрованного раствора нитрата ртути, г.

Результаты подсчитывают с точностью до третьего десятичного знака.

(Продолжение см. с. 98)

## 7. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие данные:  
ссылку на используемый метод;  
результаты и метод обработки результатов;  
необычные явления, обнаруженные в процессе определения;  
операции, не указанные в настоящем международном стандарте или необязательные.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Рекомендуемое

### ИСО 2460—73 (А) «Бикарбонат натрия технический. Фотометрический метод определения содержания железа с применением 1,10-фенантролина»

#### 1. Назначение

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения содержания железа в техническом бикарбонате натрия.

#### 2. Область применения

Данный метод применим к продуктам, в которых содержание железа равно или больше 0,1 мг/кг.

#### 3. Сущность метода

Восстановление трехвалентного железа гидроксиламмонийхлоридом, образование комплексного соединения двухвалентное железо-1,10-фенантролин в буферной среде. Фотометрическое измерение окрашенного комплексного соединения при длине волны 510 нм.

#### 4. Реактивы

При испытании следует использовать дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Соляная кислота, плотность 1,19 г/мл, 38 %-ный (по массе) или 12 н. раствор.

4.2. Раствор аммиака, плотность 0,91 г/мл, 25 %-ный (по массе) или 13 н. раствор с максимальным содержанием железа 0,2 мг/кг.

4.3. Гидроксиламмонийхлорид ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ), раствор 10 г/л.

4.4. Буферный раствор pH 4,9.

Растворяют 272 г тригидрата ацетата натрия ( $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) в 500 мл воды. Добавляют 240 мл ледяной уксусной кислоты, плотностью 1,05 г/мл, 99—100 %-ный (по массе) или 17,4 н. раствор, к раствору и разбавляют до 1000 мл.

4.5. Бромная вода, насыщенная при комнатной температуре.

4.6. 1,10-фенантролин, соляно-кислый, моногидрат ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{HCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ); раствор 2,5 г/л.

Этот реактив можно заменить моногидратом 1,10-фенантролина ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ).

4.7. Эталонный раствор железа, содержащий 0,200 г Fe на литр

Растворяют 1,4043 г гексагидрата двойной соли сульфата аммония и сульфата железа  $/(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}/$ , взвешенного с точностью до 0,0001 г, в 200 мл воды. Добавляют 20 мл серной кислоты, плотностью 1,84 г/мл, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 мл с одной меткой и перемешивают.

(Продолжение см. с. 99)



4.8. Эталонный раствор железа, содержащий 0,010 г Fe на литр.

Переносят 25,0 мл эталонного раствора железа (п. 4.7) в мерную колбу вместимостью 500 мл с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

1 мл полученного эталонного раствора содержит 0,010 мг Fe.

4.9. Метилловый оранжевый, раствор 0,5 г/л.

### 5. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, а также оборудование, указанное в пп. 5.1 и 5.2.

5.1. Спектрофотометр или

5.2. Фотоэлектрический абсорбциометр, снабженный двумя фильтрами и обеспечивающий максимальное пропускание в диапазоне 500—520 нм.

### 6. Методика определения

6.1. Проба для анализа

100 г образца взвешивают с точностью до 0,1 г.

6.2. Контрольный опыт

В химический стакан вместимостью 600 мл помещают 25 мл воды и такой же объем раствора соляной кислоты, который был использован для нейтрализации пробы для анализа. Добавляют 75 мл раствора аммиака, 5 капель раствора метилового оранжевого и затем нейтрализуют раствором аммиака. По капле добавляют раствор соляной кислоты до изменения окраски раствора на красную, а затем добавляют еще 2 мл этой кислоты. Добавляют 5 мл бромной воды для изменения окраски индикатора, кипятят в течение 5 мин, охлаждают до комнатной температуры. Переносят раствор количественно в мерную колбу вместимостью 250 мл с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают. Далее продолжают опыт в соответствии с п. 6.4.2.

6.3. Построение калибровочного графика

6.3.1. Приготовление контрольных растворов для фотометрических измерений в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм

В каждую из пяти мерных колб с одной меткой вместимостью 100 мл последовательно переносят количество эталонного раствора железа (п. 4.8), которое указано в приведенной ниже таблице.

Эталонный раствор железа (п. 4.8), мл	Соответствующая масса Fe, мг
0*	0
2,5	0,025
5,0	0,050
10,0	0,100
15,0	0,150

\* Компенсирующий раствор.

В каждую колбу добавляют 0,5 мл раствора соляной кислоты и количество воды, необходимое для доведения объема до 50 мл. Затем приливают 5 мл раствора гидроксиламмонийхлорида, 5 мл раствора соляно-кислого 1,10-фенантролина и 25 мл буферного раствора. Разбавляют до метки, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин.

6.3.2. Фотометрические измерения

Фотометрические измерения проводят на спектрофотометре при длине волны 510 нм или фотоэлектрическом абсорбциометре, снабженном соответствующими фильтрами. Перед измерением устанавливают прибор на нулевое поглощение по компенсирующему раствору.

(Продолжение см. с. 100)

### 6.3.3. Построение калибровочного графика

Строят график, откладывая по оси абсцисс содержание железа (Fe) в миллиграммах в 100 мл контрольного раствора, а по оси ординат — соответствующее значение поглощения.

## 6.4. Определение

### 6.4.1. Приготовление испытуемого раствора

Переносят пробу для анализа в химический стакан вместимостью 1000 мл. Добавляют 120 мл воды и тщательно нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 5 капель раствора метилового оранжевого. Добавляют еще 2 мл соляной кислоты, затем 5 мл бромной воды. Кипятят в течение 5 мин, охлаждают до комнатной температуры, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 мл с одной меткой, разбавляют до метки и перемешивают.

### 6.4.2. Проявление окрашивания

Переносят 50,0 мл испытуемого раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл с одной меткой. Добавляют 5 мл раствора гидроксиламмонийхлорида, 5 мл соляно-кислого раствора 1,10-фенантролина и 25 мл буферного раствора. Разбавляют до метки, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин.

### 6.4.3. Фотометрическое измерение

Измеряют поглощение раствора в соответствии с п. 6.3.2. Предварительно устанавливают прибор на нулевое поглощение по раствору контрольного опыта.

## 7. Обработка результатов

По калибровочному графику определяют содержание железа, соответствующее измеренному поглощению.

Содержание железа (Fe) в миллиграммах на килограмм вычисляют по формуле

$$m_1 \cdot \frac{250}{50} \cdot \frac{1000}{m_0} = \frac{5000 \cdot m_1}{m_0},$$

где  $m_1$  — масса железа (Fe), определенная в аликвоте испытуемого раствора, мг;

$m_0$  — масса пробы для анализа, г.

## 8. Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующие данные:

- а) ссылку на используемый метод;
- б) результаты и используемый метод их обработки;
- в) любые необычные явления, замеченные при определении;
- г) любые операции, не включенные в настоящий международный стандарт или необязательные.

(ИУС № 8 1992 г.)