## РЕАКТИВЫ

## КАЛИЙ МАРГАНЦОВОКИСЛЫЙ

## ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ Москва

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

#### Реактивы

## КАЛИЙ МАРГАНЦОВОКИСЛЫЙ

## Технические условия

ГОСТ 20490—75

Reagents. Potassium permanganate. Specifications

OKII 26 2113; 06 0008

Дата введения 01.03.75

Настоящий стандарт распространяется на марганцовокислый калий, представляющий собой темно-фиолетовые, почти черные, кристаллы с сине-стальным блеском. Растворим в воде. Водный раствор имеет нейтральную реакцию.

Формула КМпО,..

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 158,034. Допускается изготовление марганцовокислого калия по ИСО 6353-2—83 (Р.26) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Марганцовокислый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

### (Введен дополнительно, Изм. № 2).

 По физико-химическим показателям марганцовокислый калий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Норма		
Химически чистыя (х.ч.) ОКП 26 2113 0603 04	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 0602 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 0601 06
99,5	99,5	99,0
0,005	0,010	0,015
0,1	0,1	0,2
0,002	0,005	0,01
0,002	0,003	0,01
0,002 0,00001	0,003 0,00002	0,005 0,00002
	99,5 0,005 0,1 0,002 0,002 0,002	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2113 0603 04         Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 0602 05           99,5         99,5           0,005         0,010           0,1         0,1           0,002         0,003           0,002         0,003           0,002         0,003

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

## 2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 2а.1. Марганцовокислый калий относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны в пересчете на  $MnO_2 0.3 \text{ мг/м}^3$ . При увеличении концентрации продукт токсичен, действует на центральную нервную систему.
- 2а2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты, соблюдать правила личной гигиены и не допускать попадания препарата внутрь организма.
- 2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

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

2а.4. Марганцовокислый калий — негорючий пожароопасный продукт, является сильным окислителем. Горючие материалы в смеси с марганцовокислым калием способны самовоспламеняться в обычных условиях хранения и интенсивно гореть. С отдельными горючими материалами (серой, фосфором) образует высокочувствительные к механическим воздействиям смеси, взрываться. При загорании упаковок с препаратом следует применять для тушения распыленную воду.

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

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

Правила приемки — по ГОСТ 3885.

 2.2. Массовую доля общего азота и мышьяка изготовитель определяет периодически в каждой двадцатой партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

### 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

З.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 ВЛЭ-200 г.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 120 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Определение массовой доли марганцово-кислого калия

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч.;

кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20%; готовят по ГОСТ 4517;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5%; свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 4919.1;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации c (Na,S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 5H,O) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2;

бюретка вместимостью 50 см3 с ценой деления 0,1 см3;

колба 2-250-2 по ГОСТ 1770:

колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетка вместимостью 5 и 25 см3;

стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)-25-2 по ГОСТ 1770.

3.2.2. Проведение анализа

Около 1,2000 г препарата помещают пипеткой в мерную колбу и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

25 см³ полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 25 см³ воды, 2 г йодистого калия, 20 см³ раствора серной кислоты, перемещают и титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую, затем

добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обеспвечивания раствора.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами растворов йодистого калия и серной кислоты и при необходимости вносят соответствующую поправку в результаты определения.

## 3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю марганцовокислого калия (Х) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,00316 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25} \,,$$

где V — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

т — масса навески препарата, г;

0,00316 — масса марганцовокислого калия, соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистокислого натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение, между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0.4$  % при доверительной вероятности P = 0.95.

Допускается использовать навеску массой около 0,1500 г без разбавления.

3.2.1—3.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ и окиси марганца (IV)

3.3.1. Реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709:

кислота серная по ГОСТ 4204;

кислота шавелевая по ГОСТ 22180:

жидкость промывная; готовят следующим образом: 10,00 г щавелевой кислоты помещают в стакан вместимостью 250—400 см<sup>3</sup>, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, перемешивают и фильтруют;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336;

стакан B-1-1000 TXC и B-1-250 (400) TC по ГОСТ 25336;

цилиндр 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

20,0000 г препарата помещают в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 600 см<sup>3</sup> воды и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы  $(m_1)$  и взвешенный (результат взвещивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают водой до полного исчезновения розовой окраски в промывной воде и сущат в сущильном шкафу при 105-110 °C до постоянной массы  $(m_1)$ .

Далее остаток на фильтре промывают сначала 200 см<sup>3</sup> промывной жидкости, нагретой до кипения, а затем 100 см<sup>3</sup> горячей воды и снова сушат в сушильном шкафу при 105-110 °C до постоянной массы  $(m_1)$ .

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по массе нерастворимых в воде веществ (исключая окись марганца (IV), если разность  $m_1 - m_1$  не будет превышать:

для препарата химически чистый — 1 мг;

для препарата чистый для анализа — 2 мг:

для препарата чистый — 3 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата квалификации химически чистый —  $\pm$  35 %, для препарата квалификации чистый для анализа и чистый —  $\pm$  20 % при доверительной вероятности P=0.95.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по массе окиси марганца (IV), если разность  $m_1$ — $m_3$  не будет превышать:

для препарата химически чистый — 20 мг;

для препарата чистый для анализа — 20 мг;

для препарата чистый - 40 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm$  10 % при доверительной вероятности P=0.95.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>; прибавляют 15 см<sup>3</sup> воды, 3 см<sup>3</sup> этилового спирта (ГОСТ 18300, высший сорт), 3 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата и обесцвечивания раствора. Полученный раствор количественно переносят в выпарительную чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup> (ГОСТ 9147) и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> воды и снова выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в небольшом количестве воды, переносят в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (с меткой на 25 см<sup>3</sup>), доводят объем водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют через промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента», прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала и 6 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на темном фоне 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 — 0,02 мг SO<sub>4</sub>;

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг SO<sub>4</sub>;

для препарата чистый — 0,10 мг SO<sub>4</sub>,

 $1 \text{ cm}^3$  раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %,  $3 \text{ cm}^3$  раствора крахмала и  $6 \text{ cm}^3$  раствора хлористого бария.

В результат вносят поправку на содержание сульфатов в применяемом количестве реактивов, определяемую контрольным опытом.

## (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.5. Определение массовой доли хлоридов и хлоратов

3.5.1. Реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

водорода пероксид по ГОСТ 10929;

кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

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

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации c (AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0.1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

колба Кн-2-100-22 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетки вместимостью 5 (10) см3;

цилиндр 1-50-2 по ГОСТ 1770.

3.5.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 30 см³ теплой воды и прибавляют при перемешивании смесь, состоящую из 6 см³ раствора азотной кислоты, 10 см³ воды и 3 см³ пероксида водорода.

После полного обесцвечивания и охлаждения раствора прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на темном фоне через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,02 мг Cl;

для препарата чистый для анализа — 0,03 мг CI;

для препарата чистый - 0,10 мг Cl;

6 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, 3 см<sup>3</sup> пероксида водорода и 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра.

3.5.1, 3.5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4. При этом 1,00 г препарата помещают в колбу для отделения аммиака дистилляцией, прибавляют 40 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и 2,5 г щавелевой кислоты. После полного обесцвечивания раствора его нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до начала выпадения осадка гидроокиси марганца 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 - 0,02 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,03 мг;

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

3.7. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485.

При этом 5,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147), растворяют в 40 см<sup>3</sup> теплой воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и по каплям при перемешивании прибавляют пероксид водорода квалификации химически чистый (ГОСТ 10929) до обесцвечивания раствора, затем раствор выпаривают на водяной бане досуха.

Остаток после охлаждения растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят методом с применением бромно-ртутной бумаги в сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,0005 мг As;

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг As;

для препарата чистый — 0,001 мг As,

20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора 2-водного хлорида олова (II).

3.6, 3.7. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4. Группа фасовки: III, IV, V, VI.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112) и серийный номер ООН 1490.

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

- 4.2. Препарат транспортируют 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.

Не допускается хранение совместно с легковоспламеняющимися веществами, горючими материалами и кислотами.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4. (Исключен, Изм. № 2).

#### 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

- 5.1. Изготовитель гарантирует соответствие марганцовокислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.
  - 5.2. Гарантийный срок хранения препарата три года со дня изготовления.

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

# ИСО 6353-2—83 «Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия. Первая серия» Р.26. КАЛИЙ МАРГАНЦОВОКИСЛЫЙ КМпО<sub>4</sub>

## Относительная молекулярная масса 158,04

## Р.26.1. Технические требования

ассовая доля марганцовокислого калия (КМпО <sub>4</sub> ), %, не более	99
Гассовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,1
Гассовая доля хлоридов (СІ), %, не более	0,005
ассовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, не более	0,005
ассовая доля общего азота (N), %, не более	0,005
(ассовая доля тяжедых металлов (Рь), %, не более	0,003
ассовая доля железа (Fe), %, не более	0,002

## Р.26.2. Приготовление анализируемого раствора

5 г препарата растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают на водяной бане. Остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток растворяют приблизительно в 30 см<sup>3</sup> воды и разбавляют до 50 см<sup>3</sup>.

Р.26.3. Методы анализа

Р.26.3.1. Определение массовой доли марганцовокислого калия

Около 1,000 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и растворяют приблизительно в 200 см<sup>3</sup> воды. Разбавляют водой до метки и переменивают.

K 50,0 см<sup>3</sup> этого раствора прибавляют 15 см<sup>3</sup> раствора иодистого калия с массовой долей 20 %, 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20 % и титруют выделившийся иод раствором серноватистокислого натрия молярной концентрации точно c ( $Na_2S_2O_3$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> в присутствии раствора крахмала.

Раствор крахмала готовят следующим образом: из 1,0 г растворимого крахмала и 5 см<sup>3</sup> воды приготовляют пасту, вносят ее при перемешивании в 100 см<sup>3</sup> кипящей воды, кипятят несколько минут и охлаждают. Раствор годен в течение двух недель, (Срок годности раствора может быть продлен до нескольких месяцев добавлением нескольких капель раствора формальдетида).

1,00 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации точно c (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0.1 моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0.00316 г KMnO<sub>4</sub>.

Р.26.3.2. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

2 г анализируемого препарата анализируют в соответствии с ОМ 1\*.

Масса остатка не должна превышать 2 мг.

Р.26.3.3. Определение массовой доли хлоридов

2 г препарата растворяют в 35 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и по каплям 3 см<sup>5</sup> перекиси водорода. По окончании восстановления разбавляют точно до 100 см<sup>3</sup>. 10 см<sup>3</sup> восстановленного раствора анализируют в соответствии с ОМ 2\*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см3 хлоридного раствора сравнения II (1 см3 = 0,005 % Cl).

Хлоридный 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: 1,65 г NaCl растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Р.26.3.4. Определение массовой доли сульфатов

10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.26.2) анализируют в соответствии с ОМ 3.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см<sup>3</sup> сульфатного раствора сравнения II (5см<sup>3</sup> = 0,005 % 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.

<sup>\*</sup>Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353-1-82.

Р.26.3.5. Определение массовой доли общего азота

1 г препарата растворяют в 100 см3 воды и анализируют в соответствии с ОМ 6.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см $^3$  азотсодержащего раствора сравнения II (5 см $^3$  = 0.005 % 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.26.3.6. Определение массовой доли тяжелых металлов

К 5 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.26.2) прибавляют 5 см<sup>3</sup> воды и анализируют в соответствии с ОМ 7. Готовят контрольный раствор, используя 1,5 см<sup>3</sup> свинецсодержащего раствора сравнения II (1,5 см<sup>3</sup> = 0,003 % Pb).

Свинецеодержащий 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  $(NO_3)_3$  добавляют 1 см $^3$  азотной кислоты, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см $^3$  и перемешивают.

Р.26.3.7. Определение массовой доли железа

К 5 см³ анализируемого раствора (Р.26.2) прибавляют 5 см³ воды и анализируют в соответствии с ОМ 8.1. Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ железосодержащего раствора сравнения II (1 см³ = 0.002 % Fe).

Железосодержащий 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 8,63 г NH₄Fe(SO₄)₂ · 12H₂O добавляют 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемещивают.

## ИСО 6353-1-82 «Химические реактивы. Часть 1. Общие методы испытаний»

5.1. О пределение массовой доли нерастворимых в воде веществ (ОМ 1) Указанную навеску анализируемого препарата растворяют насколько это возможно в подходящем объеме кипящей воды, охлаждают и фильтруют через стеклянный пористый фильтр с диаметром пор 16—40 мкм, предварительно высушенный в течение 1 ч при (105 ± 2) °C, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок на фильтре промывают водой, высушивают в течение 1 ч при (105 ± 2) °C, охлаждают в эксикаторе, после чего фильтр с осадком взвешивают с точностью до 0,1 мг. Рассчитывают массу осадка.

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем анализируемого раствора подкисляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

Смеси дают постоять 2 мин, после чего сравнивают ее опалесценцию с опалесценцией смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

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 этиловом спирте 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.

5.6. 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 гидроокиси 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 гидроокиси 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 долей тяжелых металлов (в виде Рb) (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 соответствующий объем 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 (ОМ 8.1) по ГОСТ 10555.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
- УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11.02.75 № 389
- 3. B3AMEH FOCT 5.1071-71, FOCT 4527-65
- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, пряложения	
OCT 12.1.005—88	2a.1	
OCT 127775	3.5.1	
OCT 1770—74	3.2.1; 3.3.1; 3.5.1	
OCT 3885—73	2.1; 3.1; 4.1	
OCT 4204-77	3.2.1; 3.3.1	
OCT 4212-76	3.5.1	
OCT 4232—74	3.2.1	
OCT 4461-77	3.5.1	
OCT 4517-87	3.2.1; 3.5.1	
OCT 4919.1—77	3.2.1	
OCT 6709-72	3.2.1; 3.3.1; 3.5.1	
OCT 9147-80	3.4; 3.7	
OCT 10163-76	3.2.1	
OCT 10485-75	3.7	
OCT 10555-75	Приложение 2	
OCT 10671.4—74	3.6	
OCT 10671.5—74	3.4	
OCT 10929-76	3.5.1; 3.7	
OCT 18300—87	3.4	
OCT 19433—88	4.1	
OCT 22180—76	3.3.1	
OCT 25336-82	3.2.1; 3.3.1; 3.5.1	
OCT 25794.2—83	3.2.1	
OCT 25794.3—83	3.5.1	
OCT 27025-86	3.1a	
OCT 27068-86	3.2.1	

- 5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 21.10.92 № 1438
- 6. ИЗДАНИЕ (декабрь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1980 г., мае 1987 г., октябре 1992 г. (ИУС 3-80, 8-87, 1-93)

Редактор Л.В. Коретпикова
Технический редактор Н.С. Гришанова
Корректор М.С. Кабашова
Компьютерная верстка С.В. Рабовой

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 29.01.2002. Подписано в печать 12.02.2002. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,93. Тираж 102 экз. С 3932. Зак. 39.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14. http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов Пар № 080102