

Утвержден и введен в действие
Постановлением Госстандарта СССР
от 11 февраля 1975 г. N 389

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ МАРГАНЦОВОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Reagents. Potassium permanganate. Specifications

ГОСТ 20490-75

Список изменяющих документов
(в ред. Изменения N 1, утв. в феврале 1980 г.,
Изменения N 2, утв. в мае 1987 г.,
Изменения N 3, утв. в октябре 1992 г.)

Группа Л51

ОКП 26 2113;
06 0008

Дата введения
1 марта 1975 года

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Разработан и внесен Министерством химической промышленности СССР.
2. Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11.02.1975 N 389.
3. Взамен ГОСТ 5.1071-71, ГОСТ 4527-65.
4. Ссылочные нормативно-технические документы

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 12.1.005-88	2а.1
ГОСТ 1277-75	3.5.1
ГОСТ 1770-74	3.2.1; 3.3.1; 3.5.1
ГОСТ 3885-73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4204-77	3.2.1; 3.3.1
ГОСТ 4212-76	3.5.1
ГОСТ 4232-74	3.2.1
ГОСТ 4461-77	3.5.1
ГОСТ 4517-87	3.2.1; 3.5.1
ГОСТ 4919.1-77	3.2.1
ГОСТ 6709-72	3.2.1; 3.3.1; 3.5.1
ГОСТ 9147-80	3.4; 3.7
ГОСТ 10163-76	3.2.1
ГОСТ 10485-75	3.7
ГОСТ 10555-75	Приложение 2
ГОСТ 10671.4-74	3.6
ГОСТ 10671.5-74	3.4
ГОСТ 10929-76	3.5.1; 3.7
ГОСТ 18300-87	3.4

ГОСТ 19433-88	4.1
ГОСТ 22180-76	3.3.1
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 3.3.1; 3.5.1
ГОСТ 25794.2-83	3.2.1
ГОСТ 25794.3-83	3.5.1
ГОСТ 27025-86	3.1а
ГОСТ 27068-86	3.2.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 21.10.1992 N 1438.

6. Издание (декабрь 2001 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1980 г., мае 1987 г., октябре 1992 г. (ИУС 3-80, 8-87, 1-93).

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 $KMnO_4$.

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. N 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. N 2).

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

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (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
1. Массовая доля марганцовокислого калия ($KMnO_4$), %, не менее	99,5	99,5	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ (исключая MnO_2), %, не более	0,005	0,010	0,015
3. Массовая доля окиси марганца (IV) (MnO_2), %, не более	0,1	0,1	0,2
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005	0,01
5. Массовая доля хлоридов и хлоратов (Cl), %, не более	0,002	0,003	0,01
6. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,002	0,003	0,005
7. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00001	0,00002	0,00002

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

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 мг/м³. При увеличении концентрации продукт токсичен, действует на центральную нервную систему.

2а.2. 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. N 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. N 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по [ГОСТ 3885](#).

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

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по [ГОСТ 27025](#).

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или 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. N 2, 3).

3.1. Пробы отбирают по [ГОСТ 3885](#). Масса средней пробы должна быть не менее 120 г.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.2. Определение массовой доли марганцовокислого 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 серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по [ГОСТ 27068](#), раствор молярной концентрации с ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (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, перемешивают и титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистоокислого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую, затем

добавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания 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 (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m - масса навески препарата, г;

0,00316 - масса марганцовокислого калия, соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистоокислого 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 +/- 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. N 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 щавелевая по [ГОСТ 22180](#);

жидкость промывная; готовят следующим образом: 10,00 г щавелевой кислоты помещают в стакан вместимостью 250 - 400 см³, растворяют в 200 см³ воды, прибавляют 1 см³ серной кислоты, перемешивают и фильтруют;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по [ГОСТ 25336](#);

стакан В-1-1000 ТХС и В-1-250 (400) ТС по [ГОСТ 25336](#);

цилиндр 1-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

3.3.2. Проведение анализа

20,0000 г препарата помещают в стакан вместимостью 1000 см³, растворяют в 600 см³ воды и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы (m_1) и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают водой до полного исчезновения розовой окраски в промывной воде и сушат в сушильном шкафу при 105 - 110 °С до постоянной массы (m_2).

Далее остаток на фильтре промывают сначала 200 см³ промывной жидкости, нагретой до кипения, а затем 100 см³ горячей воды и снова сушат в сушильном шкафу при 105 - 110 °С до постоянной массы (m_3).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по массе нерастворимых в воде веществ (исключая окись марганца (IV)), если разность $m_3 - m_1$ 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 - +/- 35%, для препарата квалификации чистый для анализа и чистый - +/- 20% при доверительной вероятности P = 0,95.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по массе окиси

марганца (IV), если разность $m_2 - m_3$ 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 +/- 10% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 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 см³; прибавляют 15 см³ воды, 3 см³ этилового спирта ([ГОСТ 18300](#), высший сорт), 3 см³ 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 см³ ([ГОСТ 9147](#)) и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 5 см³ воды и снова выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в небольшом количестве воды, переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³), доводят объем водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют через промытый горячей водой обеззоленный фильтр "синяя лента", прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, 3 см³ раствора крахмала и 6 см³ 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_4 ;

для препарата чистый для анализа - 0,05 мг SO_4 ;

для препарата чистый - 0,10 мг SO_4 ;

1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, 3 см³ раствора крахмала и 6 см³ раствора хлористого бария.

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

(Измененная редакция, Изм. N 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 Cl; готовят по [ГОСТ 4212](#), соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Cl;

серебро азотнокислое по [ГОСТ 1277](#), раствор молярной концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³ (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 см³ 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 Cl;
для препарата чистый - 0,10 мг Cl;
6 см³ раствора азотной кислоты, 3 см³ пероксида водорода и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

3.5.1, 3.5.2. (Измененная редакция, Изм. N 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 см³ воды, 1 см³ 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 см³ теплой воды, прибавляют 5 см³ 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 см³ воды и далее определение проводят методом с применением бромно-ртутной бумаги в сернистой 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 в 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. N 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. N 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. N 1, 2).

4.4. (Исключен, Изм. N 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. N 2).

Приложение 1
Обязательное

ИСО 6353-2-83 "РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА.
ЧАСТЬ 2. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ. ПЕРВАЯ СЕРИЯ"

Р.26. КАЛИЙ МАРГАНЦОВОКИСЛЫЙ KMnO_4

Относительная молекулярная масса 158,04

Р.26.1. Технические требования

Массовая доля марганцовокислого калия (KMnO_4), %, не более 99
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более 0,1
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более 0,005
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более 0,005
Массовая доля общего азота (N), %, не более 0,005
Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более 0,003
Массовая доля железа (Fe), %, не более 0,002

Р.26.2. Приготовление анализируемого раствора

5 г препарата растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 30 см³ соляной кислоты и выпаривают на водяной бане. Остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток растворяют приблизительно в 30 см³ воды и разбавляют до 50 см³.

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 см³ и растворяют приблизительно в 200 см³ воды. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

К 50,0 см³ этого раствора прибавляют 15 см³ раствора йодистого калия с массовой долей 20%, 15 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 20% и титруют выделившийся йод раствором серноватистоокислого натрия молярной концентрации точно с ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) = 0,1 моль/дм³ в присутствии раствора крахмала.

Раствор крахмала готовят следующим образом: из 1,0 г растворимого крахмала и 5 см³ воды приготавливают пасту, вносят ее при перемешивании в 100 см³ 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 формальдегида).

1,00 см³ раствора серноватистоокислого натрия молярной концентрации точно с ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) = 0,1 моль/дм³ соответствует 0,00316 г KMnO_4 .

Р.26.3.2. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

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

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

Масса остатка не должна превышать 2 мг.

Р.26.3.3. Определение массовой доли хлоридов

2 г препарата растворяют в 35 см³ воды, прибавляют 5 см³ азотной кислоты и по каплям 3 см³ перекиси водорода. По окончании восстановления разбавляют точно до 100 см³. 10 см³ восстановленного раствора анализируют в соответствии с ОМ 2 <*>.

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

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 см³ и перемешивают.

Р.26.3.4. Определение массовой доли сульфатов

10 см³ анализируемого раствора (P.26.2) анализируют в соответствии с ОМ 3.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см³ сульфатного раствора сравнения II (5 см³ = 0,005% SO₄).

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 K₂SO₄ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

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 см³ азотсодержащего раствора сравнения II (5 см³ = 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 NaNO₃ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.26.3.6. Определение массовой доли тяжелых металлов

К 5 см³ анализируемого раствора (P.26.2) прибавляют 5 см³ воды и анализируют в соответствии с ОМ 7.

Готовят контрольный раствор, используя 1,5 см³ свинецсодержащего раствора сравнения II (1,5 см³ = 0,003% Pb).

Свинецсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: к 1,60 г Pb (NO₃)₂ добавляют 1 см³ азотной кислоты, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.26.3.7. Определение массовой доли железа

К 5 см³ анализируемого раствора (P.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 перемешивают.

ИСО 6353-1-82 "ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ. ЧАСТЬ 1.
ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ"

5.1. Определение 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 $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок на фильтре промывают водой, высушивают в течение 1 ч при $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$, 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 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и добавляют 1 см³ 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.

5.3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

Готовят затравочный раствор, смешивая 0,25 см³ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02% в этиловом спирте с объемной долей 30% и 1 см³ 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 см³ 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 см³ в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32% и 1,0 г сплава Дебарда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см³ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5%. Добавляют 3 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 32%, 2 см³ реактива Несслера и разбавляют до объема 100 см³.

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

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

К указанному объему анализируемого раствора добавляют 0,2 см³ 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. N 3).