



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ ВЕЩЕСТВ,
ВОССТАНАВЛИВАЮЩИХ ПЕРМАНГАНАТ КАЛИЯ

ГОСТ 27567—87
(СТ СЭВ 5770—86)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ВЕЩЕСТВА ОСОБО ЧИСТЫЕ

Метод определения примеси вещества,
восстанавливающих перманганат калия

Superpure substances.
Method for determination of substances
reducing potassium permanganate

ОКСТУ 2609

ГОСТ
27567—87

[СТ СЭВ 5770—86]

Дата введения с 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на жидкие особо чистые вещества и устанавливает фотометрический метод определения веществ, восстанавливающих перманганат калия, в пределах массовых долей от $4 \cdot 10^{-5}$ до $7 \cdot 10^{-4}\%$ в пересчете на кислород (O).

Метод основан на восстановлении Mn (VII) до Mn (II) окисляющимися веществами в кислой среде и последующем фотометрическом определении непрореагировавшего перманганата калия.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. При проведении испытания должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025—86.

1.2. Масса навески испытуемого вещества не должна превышать 20 г. Масса навески, объем добавляемой кислоты и указания по подготовке проб должны быть указаны в нормативно-технической документации на испытуемое особо чистое вещество.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр типа СФ-26 или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60, или другие типы спектрофотометров и фотоэлектроколориметров с аналогичными метрологическими характеристиками, позволяющие проводить измерения оптической плотности в диапазоне длин волн 400—800 нм.

Бюретка 1(2)-2-5-0,02 по ГОСТ 20292—74 калиброванная.

Пипетка 6(7)-2-25 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2-25-2 по ГОСТ 1770—74 калиброванная.

Термостат любого типа.

Вода, дважды дистиллированная или деионизированная и перегнанная с применением перманганата калия; хранят не более 24 ч.

Калий перманганат (калий марганцовокислый) по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c ($1/5 \text{ KMnO}_4$) = 0,1 моль/дм³ и 0,01 моль/дм³, свежеприготовленный, готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 16%, готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25%, готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, раствор с массовой долей 1%.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Посуду и кюветы, используемые при анализе, промывают перед испытанием по одному разу растворами щавелевой и соляной кислот, затем водой до отрицательной реакции на хлориды.

3.2. Для построения градуировочного графика указанные в таблице объемы раствора перманганата калия концентрации 0,01 моль/дм³ отмеривают с помощью бюретки в мерные колбы вместимостью 25 см³, прибавляют объем серной кислоты, указанные в нормативно-технической документации на испытуемое вещество, доводят объемы растворов в колбах водой до метки и перемешивают.

Отмеренные объемы раствора перманганата калия соответствуют указанным в таблице массам кислорода.

Кислотность раствора при построении градуировочного графика и при проведении испытания должна быть одинаковой.

Приготовленные растворы выдерживают в термостате при температуре $(20 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ в течение 15 мин, если в нормативно-технической документации на испытуемое вещество нет других указаний.

Номер раствора	Объем раствора перманганата калия концентрации c ($1/5 \text{ KMnO}_4$) = 0,01 моль/дм ³ , см ³	Масса кислорода (0) 10 ⁻⁶ г
1	2,50	0
2	2,37	10
3	2,25	20
4	2,12	30
5	2,00	40
6	1,75	50
7	1,50	80
8	1,25	100
9	1,00	120
10	0,50	160
11	0,25	180

Оптическую плотность растворов по отношению к воде измеряют при длине волны 500—550 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, начиная с раствора, имеющего наименьшую концентрацию перманганата калия.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу кислорода ($\times 10^{-6}$ г), а на оси ординат — измеренные значения оптической плотности. При этом следует учитывать обратную зависимость между концентрацией перманганата и массой кислорода.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Объем испытуемого вещества, указанный в нормативно-технической документации на испытуемое вещество, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляют, если необходимо, объем раствора серной кислоты, указанный в нормативно-технической документации на испытуемое вещество, доводят объем раствора водой до 22 см³, перемешивают, добавляют из бюретки 2,50 см³ раствора перманганата калия концентрации 0,01 моль/дм³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Оптическую плотность приготовленного раствора измеряют по отношению к испытуемому веществу без добавления раствора перманганата калия, как указано в п. 3.2.

По полученным значениям оптической плотности с помощью градуировочного графика определяют массу кислорода в граммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю веществ, восстанавливающих перманганат калия, в пересчете на кислород (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса кислорода, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса испытуемого вещества, г.

Допускаемую суммарную погрешность определения и допускаемые расхождения между результатами параллельных определений устанавливают в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

Если в нормативно-технической документации на испытуемое вещество приведена массовая доля веществ, восстанавливающих перманганат калия, в пересчете не на кислород, а на другие соединения, то пересчет этой величины проводят, как указано в нормативно-технической документации на испытуемое вещество.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. В. Грязнов, канд. техн. наук, Т. Г. Манова, канд. хим. наук, Н. П. Никонова,
Е. Д. Шигина, канд. хим. наук.

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.12.87 № 5013

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5770—86.

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3118-77	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4517-87	2
ГОСТ 20292-74	2
ГОСТ 20490-75	2
ГОСТ 22180-76	2
ГОСТ 25794.2-83	2
ГОСТ 27025-86	1.1

6. Переиздание. Август 1988 г.

Редактор *А. А. Зимовнова*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. Н. Ковалева*

Сдано в наб. 26.09.88 Подп. и печ. 02.12.88 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,26 уч.-изд. л.
Тираж 4000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Дарюс и Гирено, 39. Зак. 2653.