



20848  
Изм. 1, 2, 3

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

**КАЛИЙ ФТОРИСТЫЙ 2-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 20848—75

Издание официальное



3

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

6

Реактивы  
**КАЛИЙ ФТОРИСТЫЙ 2-ВОДНЫЙ**  
 Технические условия

Reagents.  
 2-aqueous potassium fluoride.  
 Specifications

**ГОСТ**  
**20848-75\***

Взамен  
 ГОСТ 5.1388-72

ОКП 26 2113 1320 80

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 21 мая 1975 г. № 1364 срок введения установлен

с 01.07.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.84 № 4775 срок действия продлен

до 01.07.99

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на 2-водный фтористый калий, представляющий собой бесцветные прозрачные кристаллы, расплывающиеся на воздухе, легко растворимые в воде.

Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для высшей категории качества.

Формула  $KF \cdot 2H_2O$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 94,13.

### 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 2-водный фтористый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям 2-водный фтористый калий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное

Перепечатка воспроизведена

\* Переиздание (декабрь 1985 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1979 г., декабре 1984 г. (ИУС 1-80, 4-85).

© Издательство стандартов, 1986

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2113 1322 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 1321 07
1. Массовая доля 2-водного фтористого калия (KF·2H <sub>2</sub> O), %, не менее	99,5	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005
3. Кислотность в пересчете на KF, %, не более	Отсутствует	0,01
4. Щелочность в пересчете на KOH, %, не более	0,05	0,10
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,002
6. Массовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, не более	0,005	0,005
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,001
8. Массовая доля свинца, марганца, меди (Pb+Mn+Cu), %, не более	0,001	0,001
9. Массовая доля кремния (Si), %, не более	0,004	0,005

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

### 2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 2-водный фтористый калий по степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007—76. Предельно допустимая концентрация его (в пересчете на HF) в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 0,2 мг/м<sup>3</sup>. При увеличении предельно допустимой концентрации 2-водный фтористый калий может вызвать острые или хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем.

2а.2. Определение предельно допустимой концентрации 2-водного фтористого калия в воздухе основано на поглощении фтористого водорода раствором ализаринкомплексоната лантана с последующим измерением оптической плотности образовавшегося тройного комплексного соединения синего цвета.

2а.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической

вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

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

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. При проведении анализа должны соблюдаться требования СТ СЭВ 804—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 1060 г.

3.2. Определение массовой доли 2-водного фтористого калия

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.1. *Применяемые приборы, реактивы и растворы:*

колонка из фторопласта-4 или из любого другого материала, устойчивого к воздействию слабых растворов фтористого водорода, с внутренним диаметром 18—20 мм и рабочей высотой 100 мм, в верхней части которой имеется расширение, в нижнюю — вложена фторопластовая пластинка с мелкими отверстиями;

вода дистиллированная, не содержащая  $\text{CO}_2$ , готовят по ГОСТ 4517—75;

аммоний роданистый по СТ СЭВ 225—75, 10%-ный раствор;

катионит марки КУ-2—8 по ГОСТ 20298—74, 1-го сорта;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 2;

метиловый оранжевый (индикатор), 0,1%-ный раствор;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации с ( $\text{NaOH}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 10%-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 2%-ный раствор в 10%-ном растворе азотной кислоты;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт.

3.2.2. *Подготовка к анализу*

3.2.2.1. Подготовка катионита

Катионит с частицами размером от 0,3 до 1,25 мм помещают в стакан, заливают раствором соляной кислоты и выдерживают в течение 12 ч. Затем раствор сливают, а катионит промывают несколько раз нагретым до 50—60°C раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа (проба с роданистым аммонием).

Затем катионит полностью отмывают дистиллированной водой от хлор-иона до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с азотнокислым серебром).

Отмытый катионит отсасывают на воронке Бюхнера, сушат и хранят в банке с притертой пробкой.

### 3.2.2.2. Подготовка колонок

Колонку заполняют водой. Для этого нижний конец фторопластовой трубки погружают в воду, открывают зажим, закрывают колонку сверху пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка и через трубку засасывают воду. Необходимо добиться полного отсутствия пузырьков воздуха.

Затем в колонку вносят небольшими порциями катионит до высоты столба 100 мм.

Перед пропусканьем анализируемого раствора колонку промывают водой и проверяют среду промывных вод по метиловому оранжевому. Для этого в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают 25 см<sup>3</sup> промывных вод, во второй стакан — 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют по одной капле метилового оранжевого и перемешивают. Окраска раствора должна быть одинаковой.

Излишек воды сливают, оставляя над катионитом слой воды 7—10 мм. Необходимо следить, чтобы при работе в слое катионита не было пузырьков воздуха.

Количество катионита пригодно для определения 38—40 экв 2-водного фтористого калия или для 12—13 определений при концентрации раствора не более 0,1 н.

### 3.2.3. Проведение анализа

Около 0,2800—0,3000 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, изготовленный из фторопласта или полиэтилена, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. Полученный раствор пропускают со скоростью 4—6 см<sup>3</sup>/мин через колонку, наполненную катионитом. Затем колонку с той же скоростью промывают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, предварительно промывая этой водой стакан, в котором был растворен препарат, и палочку. Воду прибавляют в несколько приемов, приливая каждую новую порцию лишь после того, как предыдущая пройдет через колонку и над катионитом останется вода слоем в 7—10 мм. Раствор и промывные воды собирают в стакан вместимостью 300—350 см<sup>3</sup>, изготовленный из фторопласта или полиэтилена, и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии пяти капель фенолфталеина до появления устойчивой розовой окраски раствора.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.2.4. Обработка результатов

Массовую долю 2-водного фтористого калия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,009413 \cdot 100}{m} - X_2 \cdot 4,705,$$

где  $V$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,009413 — масса двуводного фтористого калия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$m$  — масса навески препарата, г;

$X_2$  — кислотность, определенная по п. 3.4, %;

4,705 — коэффициент пересчета фтористого водорода на 2-водный фтористый калий.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать 0,4%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.5. Отработанный катионит может быть использован повторно. Для этого его сразу же регенерируют многократной (7—8 раз) обработкой нагретым до 50—60°C раствором соляной кислоты при перемешивании. Затем тщательно промывают водой до отрицательной реакции на хлор-ион.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

феноловый красный (индикатор), раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2. *Проведение анализа*

100,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды и прибавляют три-четыре капли раствора индикатора. Если раствор имеет желтую окраску, прибавляют раствор гидроокиси натрия до розовой окраски. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 мин.

Затем раствор охлаждают и фильтруют через платиновый фильтр с дырчатым дном (ГОСТ 6563—75), заправленный плотным бумажным фильтром, промытый горячей водой, высушенный при 105—110°C до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат при 105—110°C до постоянной массы, взвешивают с той же погрешностью.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса нерастворимых в воде веществ будет не более:

для препарата чистый для анализа — 2 мг;

для препарата чистый — 5 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение кислотности в пересчете на HF (фтористый водород) или щелочности в пересчете на KOH (гидроксид калия)

3.4.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная, не содержащая CO<sub>2</sub>, готовят по ГОСТ 4517—75;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации с (HCl) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83;

натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации с (NaOH) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83;

феноловый красный (индикатор), готовят по ГОСТ 4919.1—77;

натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172—76;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75;

буферная смесь с pH 7,0, готовят следующим образом: 11,876 г 12-водного двузамещенного фосфорнокислого натрия, предварительно перекристаллизованного из воды и высушенного в эксикаторе над хлористым кальцием до постоянной массы, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup> (раствор А); 9,078 г однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно перекристаллизованного из воды и высушенного до постоянной массы при 100°C, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup> (раствор Б). К 500 см<sup>3</sup> раствора А прибавляют 400 см<sup>3</sup> раствора Б, смесь перемешивают. Проверяют pH на pH-метре со стеклянным электродом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды в конической колбе вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, прибавляют три капли раствора фенолового красного и перемешивают. Одновременно готовят раствор сравнения. Для этого в такую же коническую колбу приливают 50 см<sup>3</sup> буферной смеси с pH 7,0; прибавляют три капли раствора фенолового красного и перемешивают. Если окраска анализируемого раствора имеет розовый цвет, то его титруют раствором соляной кислоты из микробюретки с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup> до урав-

нивания окраски анализируемого раствора с окраской раствора сравнения. Если окраска анализируемого раствора имеет желтый цвет, то его титруют раствором гидроокиси натрия до уравнивания окраски анализируемого раствора с окраской раствора сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3.4.3. Обработка результатов

Щелочность препарата в пересчете на КОН (гидроокись калия) ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,002805 \cdot 100}{m}$$

Кислотность препарата в пересчете на фтористый водород ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0,001004 \cdot 100}{m}$$

где  $V$  — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,001004 — масса фтористого водорода, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, г;

0,002805 — масса гидроокиси натрия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$m$  — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать 0,005%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 фототурбидиметрическим (способ 2) или визуальном нефелометрическим методом. При этом 1,00 г препарата растворяют в 10 см<sup>3</sup> 3%-ного раствора борной кислоты х. ч. (ГОСТ 9656—75) и прибавляют 30 см<sup>3</sup> воды. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты х. ч. (ГОСТ 4461—77).

Далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74, измеряя оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, содержащему, кроме реактивов, предусмотренных ГОСТ 10671.7—74, 10 см<sup>3</sup> 3%-ного раствора борной кислоты, прибавляемых в таком же порядке, как в анализируемом.



Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов в анализируемом растворе не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,02 мг.

При разногласиях в оценке содержания хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

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

### 3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5—74 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 0,50 г препарата растворяют в 10 см<sup>3</sup> 3%-ного раствора борной кислоты х. ч. (ГОСТ 9656—75), прибавляют 15 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. (Если раствор мутный, его фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячей водой).

Далее определение проводят по ГОСТ 10671.5—74, прибавляя в анализируемый раствор 2 см<sup>3</sup> 10%-ного раствора соляной кислоты вместо 1 см<sup>3</sup> и измеряя через 1 ч оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, содержащему, кроме реактивов, предусмотренных ГОСТ 10671.5—74, 10 см<sup>3</sup> 3%-ного раствора борной кислоты, прибавляемых в таком же порядке, как в анализируемом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов в анализируемом растворе не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг;

для препарата чистый — 0,025 мг.

При разногласиях в оценке содержания сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

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

### 3.7. Определение массовой доли железа, кремния, марганца, меди и свинца

#### 3.7.1. Приборы, реактивы, растворы и посуда:

спектрограф кварцевый типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

генератор дуги переменного тока типа ДГ-2;

спектропроектор типа СПП-2 или ПС-18;

микрофотометр типа МФ-4 или ИФО-451;

прибор ИС для измельчения и перемешивания веществ с комплектом контейнеров и шариков из органического стекла диаметром 10 мм;

ступка и пестик из органического стекла;

чашки платиновые;

бюксы из фторопласта или полиэтилена;

фотоластинки спектральные типа СП-1 чувствительностью 5 отн. ед.;

угли графитированные для спектрального анализа о.с.ч. 7—3 диаметром 6 мм (электроды угольные); верхний электрод заточен на конус, нижний электрод — с кратером диаметром 4 мм и глубиной 4 мм:

железо (III) окись, о.с.ч. 2—4;

кремний (IV) окись, о.с.ч. 12—4;

марганец (III) окись, о.с.ч. 11—2;

меди (II) окись по ГОСТ 16539—79;

свинца (II) окись по ГОСТ 9199—77;

калий фтористый, не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальным их содержанием, которое определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочных графиков;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74;

метол (4-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664—83;

натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429—76;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76;

проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А: 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают, и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б: 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют, затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 3.7.2. Подготовка к анализу

#### 3.7.2.1. Приготовление анализируемой пробы

Около 1 г препарата помещают в платиновую чашку и сушат в сушильном шкафу при  $(210 \pm 5)^\circ\text{C}$  в течение 15 мин. Полученный безводный фтористый калий перетирают в ступке в течение 15 мин.

3.7.2.2. Приготовление образцов для построения градуировочных графиков.

Образцы готовят на основе фтористого калия, высушенного в сушильном шкафу при  $(210 \pm 5)^\circ\text{C}$  до постоянной массы (в платиновой чашке). Для получения 16 г безводного фтористого калия требуется 26 г двуводного фтористого калия. Высушенный фтористый калий хранят в герметических бюксах в эксикаторе. Все операции с ним (кроме взвешивания) проводят в боксе под включенной лампой.

Головной образец А, содержащий (в расчете на двуводный фтористый калий) по 0,2% железа, свинца, марганца и меди и 1,6% кремния, готовят перемешиванием 0,0139 г окиси железа (III), 0,0104 г окиси свинца (II), 0,0139 г окиси марганца (III), 0,0121 г окиси меди (II), 0,1661 г окиси кремния (IV) и 2,860 г безводного фтористого калия.

Взвешивание осуществляют с погрешностью не более 0,0002 г для навесок 0,500 г включительно и не более 0,001 г для навесок более 0,500 г. В качестве тары при взвешивании окислов используют листочки кальки. Перемешивание осуществляют следующим образом: вначале в ступке в течение 15 мин перетирают окислы и 1,00 г фтористого калия, затем смесь и остальной фтористый калий помещают в контейнер с пятью шариками и перемешивают на приборе ИС в течение 15 мин.

Промежуточный образец Б, содержащий по 0,01% железа, свинца, марганца, меди и 0,08% кремния, готовят перемешиванием 0,1000 г головного образца А с 1,9000 г фтористого калия на приборе ИС в контейнере с пятью шариками в течение 10 мин.

Образцы 1, 2, 3 для построения градуировочных графиков с убывающим содержанием примесей готовят разбавлением образцов Б и 1 безводным фтористым калием в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Номер образца	Массовая доля примесей в образце, %					Масса разбавляемого образца, г	Масса безводного фтористого калия, г	Время перемешивания, мин
	Fe	Pb	Mn	Cu	Si			
1	0,002	0,002	0,002	0,002	0,016	1,000 образца Б	4,000	25
2	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,004	1,000 образца 1	3,000	20
3	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0016	0,4000 образца 1	3,600	20

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 3.7.3. Проведение анализа

Анализ проводят в дуге переменного тока при следующих условиях:

сила тока — 12,0 А;  
 ширина щели спектрографа — 0,020 мм;  
 расстояние между электродами — 2,0 мм;  
 экспозиция — 70 с.

Перед анализом электроды обжигают в дуге переменного тока при силе тока 14 А в течение 30 с.

Анализируемую пробу и образцы 1, 2, 3 помещают в кратеры электродов, набивая пробой и образцом по 3 электрода. Зажигают дугу и снимают спектрограмму. Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз. Щель открывают до зажигания дуги.

#### 3.7.4. Обработка результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе. Затем фотометрируют аналитические линии определяемых элементов и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой, им: Fe—302,06; Pb—283,31; Mn—279,48; Cu—324,75; Si—288,16.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений по формуле

$$\Delta S = S_{\lambda+\phi} - S_{\phi}$$

где  $S_{\lambda+\phi}$  — почернение линии + фона;  
 $S_{\phi}$  — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение  $\Delta S'$  для каждого элемента. По значениям  $\Delta S$  образцов для построения графиков для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, на оси ординат среднее арифметическое значение разности почернений  $\Delta S'$ .

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля железа, кремния и суммарная массовая доля свинца, марганца и меди не будет превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать 15% относительно вычисляемой концентрации.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8, 3.9. (Исключены, Изм. № 1, ).

#### 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары 2—9.

Группа фасовки: IV, V, VI.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. (Исключен, Изм. № 2).

4.3. Фтористый калий транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.4. Препарат должен храниться в закрытой таре в крытых сухих складских помещениях.

#### 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 2-водного фтористого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 2).

---

**Изменение № 3 ГОСТ 20848—75 Реактивы. Калий фтористый 2-водный. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 07.12.89 № 3609**

**Дата введения 01.07.90**

Наименование стандарта на английском языке изложить в новой редакции: «Reagents. Potassium fluoride 2-aqueous. Specifications».

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица 1. Графа «Наименование показателя». Показатели 3, 4 изложить в новой редакции:

3. Массовая доля кислот (в пересчете на фтористый водород (HF), %, не более.

4. Массовая доля щелочей (в пересчете на гидроксид калия (KOH), %, не более».

Пункт 2a.1 после значения 0,2 мг/м<sup>3</sup> дополнить словами: «среднесменная и 1 мг/м<sup>3</sup> — максимально-разовая»;

Пункт 2a.4. Исключить слово: «механической».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовые доли сульфатов, хлоридов, железа, кремния, марганца, меди и свинца изготовитель определяет в каждой 10-й партии».

Пункт 3.1a изложить в новой редакции: «3.1a. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200, ВЛКТ-500г-М и ВЛР-1кг или ВЛЭ-200г.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.1. Заменить значение: 1060 на 450.

Пункт 3.2.1 дополнить абзацами (после первого).

«бюретка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

стакан по ГОСТ 25336—82;

стаканы фторопластовые или стаканы из полиэтилена;

термометр со шкалой до 100 °С;

цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74»;

третий абзац изложить в новой редакции: «аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой долей 10 %»;

шестой абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный раствор» на «по ТУ 6—09—5171—84, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

девятый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517—87»;

десятый абзац. Заменить слова: «2 %-ный раствор в 10 %-ном растворе азотной кислоты» на «раствор с массовой долей 2 % в растворе азотной кислоты с массовой долей 10 %»;

последний абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87».

Пункт 3.2.2.1. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Отмытый каткинит хранят под слоем воды без CO<sub>2</sub> в бачке с притертой пробкой».

Пункт 3.2.2.2. Третий абзац. Заменить слово: «среду» на «кислотность среды», «рствора» на «раствора»;

последний абзац. Заменить значение и слова: 12—13 на 8—9, «при концентрации раствора не более 0,1 н.» на «при массовой доле раствора не более 1 %».

Пункт 3.2.4. Первый абзац. Формула. Экспликация. Заменить слово: «двуводного» на «2-водного»;

(Продолжение см. с. 296)

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,25 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,4$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Второй абзац после слова «(индикатор)» дополнить ссылкой: «по ТУ 6—09—5170—84»;

дополнить абзацами: «бумага фильтровальная средней фильтрации — ФОС по ГОСТ 12026—76»;

стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82;

тигли конические с отверстиями в дне из платины № 113 по ГОСТ 6563—75;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74;

чашка ЧВК-1(2)—250 по ГОСТ 25336—82;

чашка платиновая № 117—8 по ГОСТ 6563—75».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции:

«3.3.2. *Проведение анализа*

100,00 г препарата помещают в стакан или платиновую чашку, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды и прибавляют три-четыре капли раствора индикатора. Если раствор имеет желтую окраску, прибавляют раствор гидроксида натрия до розовой окраски. Стакан или платиновую чашку накрывают чашкой или часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 30 мин.

Затем раствор охлаждают и фильтруют через платиновый тигель с отверстиями в дне, заправленный фильтровальной бумагой, промытый горячей водой, высушенный до постоянной массы при 105—110 °С и взвешенный (все результаты взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат при 105—110 °С до постоянной массы».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3.3:

«3.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимых в воде веществ ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса остатка на тигле, г;

$m$  — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает 40 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 30$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Наименование изложить в новой редакции. «3.4. Определение массовой доли кислот (в пересчете на фтористый водород (HF) или щелочей (в пересчете на гидроксид калия (KOH))».

Пункт 3.4.1 дополнить абзацами (перед первым):

«бюретка 6—2—5 или 7—2—10 по ГОСТ 20292—74»;

нономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74»;

четвертый абзац после слова «(индикатор)» дополнить ссылкой. «по ТУ 6—09—5170—84»;

последний абзац. Заменить слова: «рН-метре» на «универсальном номере ЭВ-74».

Пункт 3.4.2. Исключить слова: «емкостью 100—150 см<sup>3</sup>»; заменить слова: «микробюретки с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>» на «бюретки»; перед словами «раствором гидроксида натрия» дополнить словами: «из бюретки».

Пункт 3.4.3. Первый абзац об обозначения ( $X_1$ ) изложить в новой редакции: «Массовую долю щелочей (в пересчете на гидроксид калия)»;

второй абзац об обозначения ( $X_2$ ) изложить в новой редакции: «Массовую долю кислот (в пересчете на фтористый водород)»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает 16 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 8\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.5 изложить в новой редакции:

«3.5. Определение массовой доли хлоридов»

Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом. При этом 1,00 г препарата растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты х.ч. (ГОСТ 9656—75) с массовой долей 3 % и прибавляют 30 см<sup>3</sup> воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты (х.ч. по ГОСТ 4461—77) с массовой долей 1 %.

Далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74, измеряя оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, содержащему, кроме реактивов, предусмотренных ГОСТ 10671.7—74, 10 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты с массовой долей 3 %, прибавляемых в таком же порядке, как в анализируемом. Измерение оптической плотности анализируемого раствора проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм (вместо 100 мм).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов в анализируемом растворе не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг,

для препарата чистый — 0,020 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает 70 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 35\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «3 %-ного раствора борной кислоты х.ч. (ГОСТ 9656—75)» на «раствора борной кислоты х.ч. (ГОСТ 9656—75) с массовой долей 3 %»; «беззоленный фильтр» на «обеззоленный фильтр «синяя лента»;

второй абзац. Заменить слова: «10 %-ного раствора соляной кислоты вместо 1 см<sup>3</sup>» на «(вместо 1 см<sup>3</sup>) раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %»; «3 %-ного раствора борной кислоты» на «раствора борной кислоты с массовой долей 3 %»;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.7.1 дополнить абзацем (после четвертого): «Допускается применять другие приборы с аналогичными метрологическими характеристиками»;

седьмой абзац дополнить смысловой: «по ГОСТ 6563—75»;

восьмой абзац. Заменить слово: «бюкс» на «стаканчики для взвешивания»;

девятый абзац. Заменить значение: 5 на 4—6;

одиннадцатый — пятнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«железо (III) оксид «ос.ч. 2—4» по ТУ 6—09—1418—78;

кремний двуокись «ос.ч. 12—4» по ТУ 6—09—3379—78;

марганец (III) оксид «ос.ч. 11—2» по ТУ 6—09—3364—78;

медь (II) оксид по ГОСТ 16539—79;

свинец (II) оксид по ТУ 6—09—5382—88»;

двадцать первый абзац. Заменить слова: «(4-метиламинофенолсульфат)» на «(4-метиламинофенол сульфат)»;



двадцать второй, двадцать третий абзацы изложить в новой редакции:

«натрий сульфит 7-водный по ТУ 6—09—5313—87;

натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86»;

двадцать пятый абзац. Заменить слово: «серноватокислого» на «7-водного сульфита»;

двадцать шестой абзац. Заменить слово: «серноватокислого» на «5-водного серноватокислого».

Пункт 3.7.2.1 дополнить словами: «в боксе под включенной лампой».

Пункт 3.7.2.2. Первый абзац. Заменить слова: «двуводного» на «2-водного», «герметических бюксах» на «герметичных стаканчиках для взвешивания»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Головной образец А, содержащий (в пересчете на 2-водный фтористый калий) массовые доли железа, свинца, марганца и меди по 0,2 % и массовую долю кремния 1,6 %, готовят перемешиванием 0,0139 г оксида железа (III), 0,0104 г оксида свинца (II), 0,0139 г оксида марганца (III), 0,0121 г оксида меди (II), 0,1661 г двуоксида кремния и 2,860 г безводного фтористого калия»;

третий абзац. Исключить слова: «Взвешивание осуществляют с погрешностью не более 0,0002 г для навесок 0,500 г включительно и не более 0,001 г для навесок более 0,500 г»;

заменить слова: «окислов» на «оксидов» (2 раза), «фтористого калия» на «безводного фтористого калия» (2 раза);

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Промежуточный образец Б, содержащий массовые доли железа, свинца, марганца и меди по 0,01 % и массовую долю кремния 0,08 %, готовят перемешиванием 0,1000 г головного образца А с 1,900 г безводного фтористого калия на приборе ИС в контейнере с пятью шариками в течение 10 мин»;

пятый абзац. Заменить слова: «образцов Б и 1» на «образца Б».

Пункт 3.7.3. Пятый абзац. Заменить значение: 70 на 50.

Пункт 3.7.4. Пятый абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 20\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Третий абзац дополнить обозначением: VII (до 10 кг);

дополнить абзацем: «Тару маркируют по ГОСТ 14192—77 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (классификационный шифр 6163, класс 6, подкласс 6.1, чертёж 66)».

Пункт 4.3 перед словом «фтористый» дополнить словами: «2-водный».

(ИУС № 3 1990 г.)

Редактор *Н. П. Шукина*  
Технический редактор *Э. В. Митяй*  
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 06.12.85 Подп. в печ. 21.01.86 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,84 уч.-изд. л.  
Тираж 8000 Цена 5 коп.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,  
Новопресненский пер., д. 3.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Минайуго, 12/14. Зак. 5327,