

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# НАТРЕДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

## ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

## НАТР ЕДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Технические условия

Sodium hydroxide for industrial use.  
SpecificationsГОСТ  
2263—79

ОКП 21 3200

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на технический едкий натр (гидроксид натрия), предназначенный для химической, нефтехимической, целлюлозно-бумажной промышленности, цветной металлургии и других отраслей народного хозяйства.

Формула:  $\text{NaOH}$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 40,00.

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Едкий натр должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта и по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Технический едкий натр выпускают следующих марок:

ТР — твердый ртутный (чешуированный);

ТД — твердый диафрагменный (плавленый);

РР — раствор ртутный;

РХ — раствор химический;

РД — раствор диафрагменный.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. По физико-химическим показателям едкий натр должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки					
	ТР ОКП 21 3211 0400	ТД ОКП 21 3212 0200	РР ОКП 21 3211 0100	РХ		РД
				Первый сорт ОКП 21 3221 0530	Второй сорт ОКП 21 3221 0540	
1. Внешний вид	Чешуирующая масса белого цве- та. Допускается слабая окраска	Плавленная масса белого цве- та. Допускается слабая окраска	Бесцветная жид- прозрачная жид- кость	Бесцветная или окрасленная жидкость. Допускается выкристаллизованный осадок		
2. Массовая доля гидроксида натрия, %, не менее	98,5	94,0	42,0	45,5	43,0	44,0
3. Массовая доля углекислого натрия, %, не более	0,8	1,0	0,5	1,1	2,0	0,8
4. Массовая доля хлористого натрия, %, не более	0,05	3,5	0,05	1,0	1,5	3,8
5. Массовая доля железа в пере- счете на Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %, не более	0,004	0,03	0,0015	0,008	0,2	0,02
6. Сумма массовых долей окси- дов железа, алюминия, %, не более	0,02	Не нормиру- ется	0,02	0,05	Не нормируется	
7. Массовая доля кремниевой кислоты в пересчете на SiO <sub>2</sub> , %, не более	0,02	Не нормиру- ется	0,008	0,5	Не нормируется	
8. Массовая доля сульфата на- трия, %, не более	0,03	0,4	0,03	Не нормируется		
9. Сумма массовых долей каль- ция и магния в пересчете на Са, %, не более	0,01	Не нормиру- ется	0,003	Не нормируется		
10. Массовая доля хлоридовато- кислого натрия, %, не более	0,01	0,06	0,01	Не нормируется	0,25	0,3
11. Сумма массовых долей тя- желых металлов, осаждаемых H <sub>2</sub> S, в пересчете на Pb, %, не более	0,01	Не нормиру- ется	0,003	Не нормируется		
12. (Исключен, Изм. № 2).						
13. Массовая доля ртути, %, не более	0,0005	Не нормиру- ется	0,0005	Не нормируется		
14. Массовая доля меди, %, не более		Не нормируется		0,002	Не нормируется	

**Примечания:**

1. Нормы примесей в табл. 1 даны в пересчете на 100 %-ный продукт.  
 2. В твердом продукте, применяемом в производстве металлического натрия, массовая доля кремниевой кислоты должна быть не более 0,1 %, калия — не более 0,1 %, суммы кальция и магния в пересчете на Са — не более 0,03 %.

3. **(Исключено, Изм. № 1).**

4. По согласованию с потребителем допускается для продукта марки ТД, упакованного в барабаны, наличие поверхностного слоя толщиной 2—3 мм бурого цвета с массовой долей железа не более 0,3 %.

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

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Едкий натр представляет собой едкое вещество.

При попадании на кожу вызывает химические ожоги, а при длительном воздействии может вызывать язвы и экземы. Сильно действует на слизистые оболочки. Опасно попадание едкого натра в глаза.

Предельно допустимая концентрация аэрозоля едкого натра в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) — 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

Едкий натр относится к вредным веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

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

2.2. Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты (костюм из хлопчатобумажной ткани, резиновые сапоги, резиновые перчатки, защитные очки, фильтрующий промышленный противогаз по ГОСТ 12.4.121, марки БКФ).

2.3. Производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей концентрацию аэрозоля едкого натра в воздухе рабочей зоны не выше установленной ПДК.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.4. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.5. При разливе раствора продукта его обезвреживают, поливая место разлива обильным количеством воды.

При рассыпании твердого продукта его следует собрать совком, а место рассыпания обмыть обильным количеством воды.

## 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Едкий натр принимают партиями. Партией считают количество продукта, однородного по своим показателям качества, оформленного одним документом о качестве.

При постановке продукта в железнодорожных или автомобильных цистернах каждую цистерну считают партией.

Документ должен содержать:

товарный знак и (или) наименование предприятия-изготовителя;

наименование продукта, его марку и сорт;

номер партии и дату изготовления;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2, 3.3. **(Исключены, Изм. № 2).**

3.4. Для контроля качества технического едкого натра пробы отбирают от каждой железнодорожной или автомобильной цистерны; при поставках продукта в специализированных контейнерах, бочках и барабанах отбирают 10 % упаковочных единиц, но не менее трех упаковочных единиц.

Объем выборки для проверки качества твердого продукта, упакованного в банки, — по ГОСТ 3885.

Допускается у изготовителя проводить отбор проб: жидкого продукта — из емкости для хранения товарного продукта; твердого плавленого продукта — при розливе в барабаны; твердого чешуированного продукта — при наборе в барабаны или банки.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4а. Определение показателей качества продукта по пунктам 6, 7, 8, 9, 10, 11, 13, 14 табл. 1 изготовитель проводит по требованию потребителя.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.5. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

#### 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

Округление результатов анализа — до того десятичного знака, который указан в таблице технических требований.

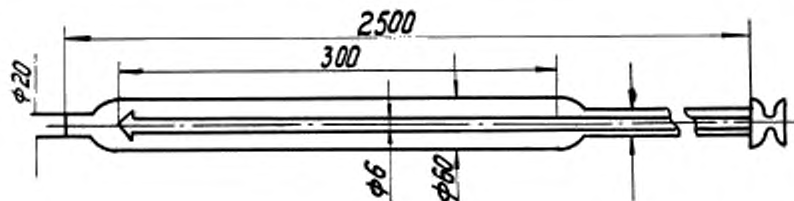
(Введен дополнительно, Изм. № 2).

##### 4.1. Отбор проб

4.1.1. Точечные пробы из специализированных контейнеров и бочек отбирают трубкой (черт. 1) из нержавеющей стали марки Х18Н10Т по ГОСТ 5632.

4.1.2. Точечные пробы из цистерн и емкостей для хранения товарного продукта отбирают пробоотборником (черт. 2), состоящим из футляра с утолщенным дном из нержавеющей стали марки Х18Н10Т по ГОСТ 5632.

К ушкам футляра прикрепляют шнур или тонкую цепочку из материалов, стойких к продукту (сталь марки Х18Н10Т, полиэтилен, хлорвинил, фторопласт).



Черт. 1

В футляр вставляют банку из полиэтилена с навинчивающейся крышкой и закрепляют в футляре к ушкам проволокой из нержавеющей стали. При отборе проб вместо крышки банку закрывают пробкой из полиэтилена (фторопласта), к которой прикрепляют шнур из стойкого к продукту материала.



1 — футляр из нержавеющей стали;  
2 — банка из полиэтилена; 3 — пробка  
из полиэтилена

Черт. 2

Пробу из цистерны отбирают погружением пробоотборника до дна цистерны, затем при помощи шнура выдергивают пробку из банки и медленно поднимают пробоотборник. Пробу быстро выливают в чистую сухую полиэтиленовую или стеклянную банку, банку быстро закрывают крышкой.

Из емкости для хранения товарного продукта отбирают пробу с линии розлива. Перед отбором пробы продукт в емкости перемешивают не менее 2 ч.

Допускается применять пробоотборники других конструкций, обеспечивающие отбор проб с любого уровня продукта.

Точечную пробу продукта в виде чешуек отбирают шупом из стали марки Х18Н10Т по ГОСТ 5632, погружая его на  $\frac{3}{4}$  глубины барабана или мешка.

Точечную пробу плавленого продукта отбирают пробоотборником со сверлящим приспособлением по ГОСТ 6732.2 (черт. 3, приложение 1).

(Измененная редакция. Изм. № 1, 2).

4.1.2а. Едкий натр гигроскопичен, способен поглощать угле-

кислый газ из воздуха, в связи с этим при приготовлении средней пробы необходимо, чтобы не было заметного поглощения воды или углекислого газа.

Рекомендуется усреднение точечных проб проводить в боксе, из которого удаляют влагу и углекислый газ не менее чем за 1 ч до начала работы, помещая в него чашки с пятиокисью фосфора по ТУ 6—09—4173, ч. д. а., или по ТУ 6—09—5173, х. ч., и гидроокисью калия по ГОСТ 24363 или чешуированным гидратом окиси калия по ГОСТ 9285 высшего сорта.

При необходимости образец твердого продукта измельчают в ступке как можно быстрее и в максимально сухой атмосфере.

**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

4.1.3. Отобранные точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают и отбирают среднюю пробу массой не менее 0,5 кг или объемом не менее 0,5 дм<sup>3</sup> для жидкого продукта.

Среднюю пробу помещают в чистую сухую полиэтиленовую или стеклянную банку. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, предприятия-изготовителя, номера партии, даты отбора пробы и фамилии лица, отобравшего пробу.

4.2. Определение внешнего вида

4.2.1. Внешний вид твердого продукта определяют визуально в открытой таре.

4.2.2. Внешний вид жидкого продукта определяют визуально на белом фоне в пробирке типа П4 по ГОСТ 25336 вместимостью 20—25 см<sup>3</sup>.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение массовой доли гидроксида натрия и углекислого натрия

4.3.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Колба по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Бюретки по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup> и 10 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Посуда и оборудование лабораторные по ГОСТ 25336.

Кислота соляная, растворы концентрации  $c(\text{HCl}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> и 0,1 моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый оранжевый, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Фенолфталеин, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

4.3.2. *Проведение анализа*

В стаканчике для взвешивания взвешивают с погрешностью не более 0,01 г анализируемую пробу продукта, содержащую 35—40 г гидроксида натрия.

Массу анализируемой пробы продукта ( $m'$ ) в граммах вычисляют по формуле

$$m' = \frac{m \cdot 100}{X_0},$$

где  $m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г;

$X_0$  — массовая доля гидроксида натрия, указанная в табл. 1, %.

Перед взятием навески удаляют верхний слой пробы.

Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой почти до метки, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки и перемешивают.

Допускается использовать мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, при этом масса гидроксида натрия должна быть примерно 20 г.

50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> воды, 5 капель раствора фенолфталеина или 2—3 капли раствора метилового оранжевого (если определение углекислого натрия проводят по п. 4.3а) и титруют раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания раствора или до перехода желтой окраски раствора в оранжевую; фиксируют объем, израсходованный на титрование ( $V_1$ ).

Для определения углекислого натрия 50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, 5 капель раствора фенолфталеина и прибавляют при перемешивании раствор соляной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> на

0,5—0,3 см<sup>3</sup> меньше, чем израсходовано на предыдущее титрование ( $V_1$ ). Затем раствор нейтрализуют раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания раствора, прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и титруют из микробюретки раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до перехода желтой окраски раствора в оранжевую; фиксируют объем, израсходованный на титрование по метиловому оранжевому ( $V_2$ ).

#### 4.3.3. Обработка результатов

Массовую долю гидроксида натрия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формулам

$$X = \frac{V_1 \cdot 40,00 \cdot 1 \cdot V_{\kappa} \cdot 100}{50 \cdot 1000 \cdot m'} - 0,76 \cdot X'_2$$

или

$$X = \frac{\left(V_1 - \frac{V_2}{10}\right) \cdot 40,00 \cdot 1 \cdot 1000 \cdot 100}{50 \cdot 1000 \cdot m'}$$

Массовую долю углекислого натрия в пересчете на 100 %-ный продукт в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{2 \cdot V_2 \cdot 52,99 - 0,1 \cdot V_{\kappa} \cdot 100 \cdot 100}{50 \cdot 1000 \cdot m' \cdot X}$$

где  $V_1$  — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_{\kappa}$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m'$  — масса анализируемой пробы, г;

40,00 — молярная масса эквивалента гидроксида натрия, г/моль;

0,76 — коэффициент пересчета углекислого натрия на гидроксид натрия;

$X'_2$  — массовая доля углекислого натрия, определенная по п. 4.3а, %;

52,99 — молярная масса эквивалента углекислого натрия, г/моль.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 % при определении гидроксида натрия и 0,03 % при определении углекислого натрия при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения массовой доли гидроксида натрия в жидком продукте  $\pm 0,25$  %, в твердом продукте  $\pm 0,4$  %; массовой доли углекислого натрия  $\pm 0,07$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 4.3.—4.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3а. Определение массовой доли углекислого натрия с отгонкой  $\text{CO}_2$

4.3а.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Бюретка по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

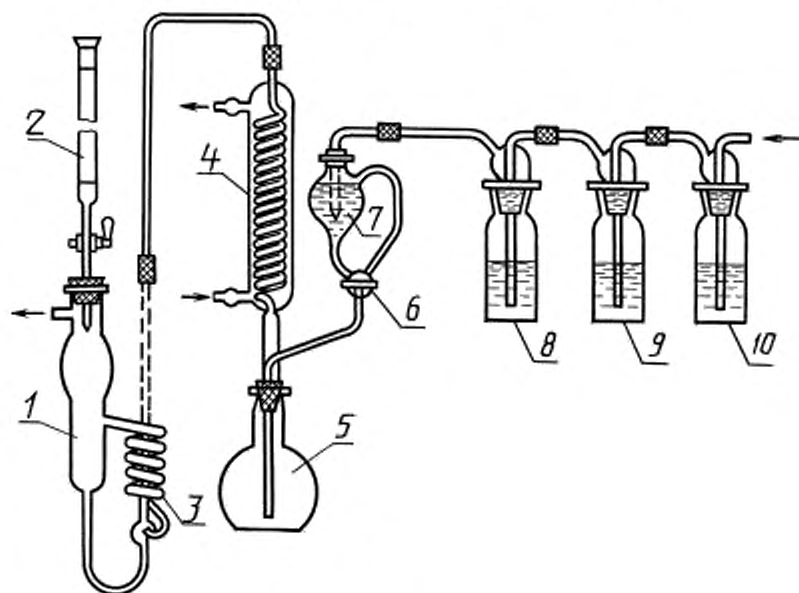
Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Прибор для отгонки и определения углекислого газа (черт. 3) состоит из плоскодонной колбы 5 вместимостью 500 см<sup>3</sup>, капельной воронки 7 вместимостью 150 см<sup>3</sup>, склянок для промывания газов 9 и 10, содержащих раствор гидроксида натрия, и склянки 8, содержащей насыщенный раствор гидроксида бария, спирального холодильника с наружным охлаждением 4, поглотителя углекислого газа 1, змеевика 3 длиной не менее 70 см, бюретки 2 вместимостью 50 см<sup>3</sup>, трехходового запорного крана 6.



Прибор для отгонки и определения углекислого газа



Черт. 3

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Воздух по ГОСТ 17433.

Натрия гидроксида по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (готовят по ГОСТ 25794.1) и 6 моль/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Бария гидроокись 8-водная по ГОСТ 4107, раствор концентрации  $c(\frac{1}{2} \text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 15,0 г гидроксида бария растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, не содержащей углекислоты, отстаивают не менее 2 дней, перед применением раствор декантируют.

Метиловый оранжевый, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Тимолфталенин, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Железа (II) сульфат, раствор концентрации  $c(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 4517.

#### 4.3а.2. Проведение анализа

Собирают прибор в соответствии с черт. 3.

Азот (воздух) пропускают через прибор со скоростью пять пузырьков в секунду в течение 10 мин, затем ток газа останавливают.

В капельную воронку 7 помещают примерно 90 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации 6 моль/дм<sup>3</sup>; в колбу 5 помещают 5—10 г гидроксида натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.3.2); добавляют 150 см<sup>3</sup> воды, 3 капли раствора метилового оранжевого, 5 см<sup>3</sup> раствора сульфата железа и перемешивают; в поглотитель 1 пипеткой вносят 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида бария и 3 капли раствора тимолфталенина.

Прибор закрывают, подключают холодильник 4 и в колбу 5 из капельной воронки 7 очень медленно приливают раствор соляной кислоты до изменения окраски раствора в колбе на красную и добавляют еще 5 см<sup>3</sup> ее избытка. Небольшое количество (несколько кубических сантиметров) раствора соляной кислоты оставляют над запорным краном.

Через прибор пропускают газ со скоростью два пузырька в секунду в течение 10 мин. Затем, не выключая газ, нагревают содержимое колбы 5 и кипятят в течение 20 мин. Нагрев отключают,



увеличивают скорость газа до пяти пузырьков в секунду и титруют избыток раствора гидроксида бария в поглотителе 1 раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания раствора.

После определения проводят контрольный опыт по вышеприведенной методике, но без анализируемой пробы.

#### 4.3а.3. Обработка результатов

Массовую долю углекислого натрия ( $X_2'$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2' = \frac{(V - V_1) \cdot 52,99 \cdot 0,1 \cdot 100}{1000 \cdot m'}$$

где  $V$  — объем соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

52,99 — молярная масса эквивалента углекислого натрия, г/моль;

$m'$  — масса анализируемой пробы, г.

Массовую долю углекислого натрия в пересчете на 100 %-ный продукт ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = X_2' \cdot \frac{100}{X}$$

где  $X$  — массовая доля гидроксида натрия, определенная по п. 4.3, %;

$X_2'$  — массовая доля углекислого натрия, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,03 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 0,04$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

При разногласиях в оценке содержания массовой доли углекислого натрия анализ проводят по методике с отгонкой  $\text{CO}_2$ .

#### 4.3а.—4.3а.3. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

#### 4.4. Определение массовой доли хлористого натрия

##### 4.4.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Бюретки по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Колба по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см<sup>3</sup> и 100 см<sup>3</sup>.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная и раствор концентрации  $c(\text{HNO}_3) = 2$  моль/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроксида по ГОСТ 4328, раствор концентрации  $c(\text{NaOH}) = 2$  моль/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Дифенилкарбазон, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1 (хранят в холодильнике). Раствор не пригоден для использования, если он не дает резкого изменения цвета.

Бромфеноловый синий, раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная, раствор концентрации  $c(1/2 \text{ Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 25794.3.

##### 4.4.2. Подготовка к анализу

Для определения массовой доли хлористого натрия готовят раствор А, который используют для дальнейших определений и хранят в полистиленовой посуде или в стеклянной посуде для марок, в которых не нормируется массовая доля двуокиси кремния.

Для приготовления раствора взвешивают  $(40,00 \pm 0,01)$  г гидроксида натрия.

Массу анализируемой пробы продукта ( $m'$ ) в граммах вычисляют по формуле

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

где  $m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г;

$X$  — массовая доля гидроксида натрия, определенная по п. 4.3, %.

Перед взятием навески пробу тщательно перемешивают. Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой почти до метки, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки и перемешивают (раствор А).

Допускается использовать мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. При этом масса гидроксида натрия должна быть (20,00±0,01) г.

#### 4.4.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают:

для марок ТР и РР — 20,0 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, затем осторожно прибавляют 35 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты;

для остальных марок — 50 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 2 г гидроксида натрия), приливают 100 см<sup>3</sup> воды, затем осторожно прибавляют 25—30 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 3 капли раствора бромфенолового синего, добавляют по каплям раствор гидроксида натрия до перехода окраски раствора в голубую, затем добавляют раствор азотной кислоты до перехода окраски раствора снова в желтую и еще 3 капли ее избытка. Доводят объем раствора до 200 см<sup>3</sup>, к полученному раствору прибавляют 5—10 капель раствора дифенилкарбазона и титруют раствором азотнокислой ртути до окраски раствора сравнения.

Для определения конечной точки титрования одновременно готовят раствор сравнения, для чего в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> наливают 200 см<sup>3</sup> воды, 3 капли раствора бромфенолового синего и добавляют по каплям раствор азотной кислоты до перехода окраски раствора в желтую и еще 3 капли ее избытка, 5—10 капель раствора дифенилкарбазона и 1—2 капли раствора азотнокислой ртути до изменения окраски раствора на розовато-лиловую.

#### 4.4.4. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 58,44 \cdot 0,05 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

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

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

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г;

58,44 — молярная масса эквивалента хлористого натрия, г/моль.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 % для марок ТР и РР и 0,02 % для остальных марок при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения ±0,002 % для марок ТР и РР и ±0,02 % для остальных марок при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 4.5. Определение массовой доли железа в пересчете на Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

4.5.1. Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают:

20 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,8 г NaOH) — для марок ТР, РР, РХ (первый сорт), РД (высший сорт);

5 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,2 г NaOH) — для марок ТД, РД (первый сорт);

20 см<sup>3</sup> раствора Б (соответствует 0,032 г NaOH) — для марки РХ (второй сорт). Объем раствора, если требуется, доводят до 20 см<sup>3</sup> водой, осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумаге раствором соляной кислоты, прибавляют 1 см<sup>3</sup> ее избытка и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

Раствор Б готовят следующим образом: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вмести-

## С. 10 ГОСТ 2263—79

мостью 500 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полистиленовой посуде.

### 4.5.2. Обработка результатов

Массовую долю железа в пересчете на Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (X<sub>4</sub>) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 1,43 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где  $m_1$  — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

1,43 — коэффициент пересчета железа на Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

### 4.6. Определение суммы массовых долей окислов железа и алюминия

#### 4.6.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 4-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup> и 25 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 1 см<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная.

Серебро азотнокислородное по ГОСТ 1277, раствор концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>; 1 дм<sup>3</sup> раствора подкисляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты; 1 дм<sup>3</sup> воды подкисляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, насыщенный раствор.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %.

Фильтры обеззоленные «красная лента».

Муфельная печь любого типа, обеспечивающая нагрев в интервале температур 950—1100 °С.

Сушильный шкаф любого типа, обеспечивающий нагрев в интервале температур 105—110 °С.

#### 4.6.2. Проведение анализа

20 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в фарфоровую чашку вместимостью 300 см<sup>3</sup> и нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге соляной кислотой, прибавляя 10 см<sup>3</sup> ее избытка. Раствор выпаривают досуха на песчаной бане, осадок смачивают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, снова упаривают досуха и сушат в течение 1 ч при температуре 105—110 °С.

После сушки осадок смачивают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и через 1—2 мин приливают 100 см<sup>3</sup> кипящей воды. Раствор выдерживают 5 мин на водяной бане и фильтруют горячий раствор через фильтр, при этом собирают фильтрат и промывные воды. Осадок на фильтре промывают горячей водой, подкисленной соляной кислотой, а затем горячей чистой водой до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром.

Фильтрат и промывные воды выпаривают до объема 200 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, подогревают раствор до кипения и кипятят 5 мин. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, нагревают раствор до кипения и по каплям добавляют раствор аммиака до выпадения осадка и 2—3 капли избытка. Раствор с осадком оставляют на водяной бане на 2—3 мин. Горячий раствор фильтруют через фильтр «красная лента», осадок на фильтре промывают раствором азотнокислого аммония до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром. Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают до постоянной массы при температуре 950—1100 °С. Взвешивания проводят с погрешностью не более 0,0005 г.

#### 4.6.3. Обработка результатов

Сумму массовых долей окислов железа и алюминия (X<sub>5</sub>) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса прокаленного остатка, г;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных оп-

ределений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,005 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 0,005$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

4.7. Определение массовой доли кремниевой кислоты в пересчете на  $\text{SiO}_2$

Определение проводят по ГОСТ 10671.1. При этом 5 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,2 г NaOH) для марок ТР и РР и 20 см<sup>3</sup> раствора Б (соответствует 0,032 г NaOH) для марки РХ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, нейтрализуют, при необходимости доводят объем раствора водой до 20 см<sup>3</sup>. Далее определение проводят по способу 1.

4.8. Определение массовой доли сульфата натрия

4.8.1. *Проведение анализа*

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 5 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,2 г NaOH) для марок ТР и РР и 20 см<sup>3</sup> раствора Б (соответствует 0,032 г NaOH) для марки ТД нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 1—2 капель раствора *n*-нитрофенола, приготовленного по ГОСТ 4919.1, доводят объем раствора водой до 25 см<sup>3</sup> и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом, допускается заканчивать определение визуально-нефелометрическим методом.

4.8.2. *Обработка результатов*

Массовую долю сульфата натрия ( $X_6$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{1,48 \cdot m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где 1,48 — коэффициент пересчета сульфатов на сульфат натрия;

$m_1$  — масса сульфатов, найденная по градуировочному графику, мг;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфата натрия анализ заканчивают фототурбидиметрическим методом.

4.9. Определение суммы массовых долей кальция и магния в пересчете на Са

4.9.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 4-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Колба по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Бюретка по НТД вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б), раствор концентрации  $c$  (ди-Na-ЭДТА) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 10398.

Магний по ГОСТ 804, раствор концентрации  $c$  (Mg) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 0,2432 г магния, промытого этиловым спиртом и высушенного, помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют по каплям раствор соляной кислоты до полного растворения металла, после чего раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Буферный раствор с pH 9,5—10,0; готовят по ГОСТ 10398.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Эриохром черный Т, индикаторная смесь; готовят по ГОСТ 4919.1.

4.9.2. *Проведение анализа*

20 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, нейтрализуют раствором соляной кислоты по универсальной индикаторной бумаге и доливают водой до 200 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 5 см<sup>3</sup> раствора, содержащего магний, 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

Одновременно титруют контрольный раствор, содержащий в таком же объеме 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси и 5 см<sup>3</sup> раствора, содержащего магний.

4.9.3. *Обработка результатов*

Сумму массовых долей кальция и магния в пересчете на Са ( $X_7$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(V - V_1) \cdot 40,08 \cdot 0,01 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного раствора, см<sup>3</sup>;

40,08 — молярная масса эквивалента кальция, г/моль;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0007 % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 0,0007$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

4.10. *Определение массовой доли хлорноватокислого натрия*4.10.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Пипетка по НТД вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Бюретка по НТД вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия по ГОСТ 27068, растворы концентрации  $c$  ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 25794.2.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, х. ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Крахмал растворимый, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517.

4.10.2. *Проведение анализа*

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> с притертой пробкой помещают для марок РР и ТР около 4 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, и растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды или для марок ТД и РД 25 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 1 г NaOH).

Анализируемый раствор нейтрализуют соляной кислотой по универсальной индикаторной бумаге, прибавляют 1 г бромистого калия и 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, закрывают колбу пробкой и выдерживают 5 мин в темноте. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, 100 см<sup>3</sup> воды и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (для марок ТР, РР и ТД) и 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (для марки РД) до слабо-желтой окраски, после чего приливают 2 см<sup>3</sup> раствора крахмала и титруют до обесцвечивания раствора.

Одновременно в тех же условиях с теми же реактивами проводят контрольный опыт.

4.10.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлорноватокислого натрия ( $X_8$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(V - V_1) \cdot 17,74 \cdot c \cdot 100}{1000 \cdot m},$$

где  $V$  — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 (0,01) моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 (0,01) моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

17,74 — молярная масса эквивалента хлорноватокислого натрия, г/моль;

$c$  — молярная концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 % для марок РР, ТР, ТД и 0,02 % для марки РД, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .



Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата определения  $\pm 0,002$  % для марок РР, ТР, ТД и  $\pm 0,02$  % для марки РД при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

4.11 Определение суммы массовых долей тяжелых металлов, осаждаемых  $H_2S$ , в пересчете на Рb

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 10 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,4 г NaOH) для марки ТР и 25 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 1 г NaOH) для марки РР помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (с меткой на 30 см<sup>3</sup>). Раствор осторожно при перемешивании нейтрализуют раствором соляной кислоты (по ГОСТ 3118) с массовой долей 25 % в присутствии 1—2 капель раствора фенолфталеина с массовой долей 1 %, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят сероводородным методом.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для марки ТР — 0,04 мг Рb;

для марки РР — 0,3 мг Рb;

1 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония и 10 см<sup>3</sup> сероводородной воды.

4.4.—4.11. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12. (Исключен, Изм. № 2).

4.13. Определение массовой доли ртути

4.13.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 3-го классов точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или другого типа.

Колба по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>.

Пипетка по НТД исполнения 6 или 7 вместимостью 5, 10 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770 исполнения 1 или 3 вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 х. ч., концентрированная и раствор 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, х. ч., раствор  $c(CH_3COONa) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., раствор  $c(CH_3COOH) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор ацетатный буферный с рН 4—5, готовят сливанием равных объемов растворов уксуснокислого натрия и уксусной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 1 %.

Хлороформ фармакопейный. Допускается вместо флороформа использовать четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор  $c(ди-Na-ЭДТА) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520.

Раствор ртути готовят по ГОСТ 4212.

Перед применением раствор разбавляют в 100 раз, для чего помещают 1 см<sup>3</sup> раствора ртути в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, содержащую 25—30 см<sup>3</sup> воды и 2—3 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ТУ 6—09—07—1684, ч. д. а. Раствор готовят следующим образом: взвешивают 0,1000 г дитизона, навеску помещают в сухую мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в хлороформе и доводят объем раствора хлороформом до метки. Перемешивают, переносят в склянку из темного стекла и сохраняют под слоем 1 %-ного раствора серной кислоты. Разбавлением хлороформом готовят раствор дитизона — раствор К, оптическая плотность которого, измеренная на ФЭК-56 при длине волны 597 нм (светофильтр № 8) и толщине поглощающего свет слоя 5 мм, равна 0,75. Раствор сравнения — хлороформ. Раствор дитизона хранят в холодильнике.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч. д. а., раствор  $c(1/5 KMnO_4) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 4 %, свежеприготовленный.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Бумага индикаторная универсальная.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.13.2. Подготовка к анализу

4.13.2.1. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью 200 см<sup>3</sup> помещают по 50 см<sup>3</sup> воды, 0,5; 1; 1,5; 2 и 3 см<sup>3</sup> раствора ртути, что соответствует 5, 10, 15, 20 и 30 мкг ртути, 5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 5 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора и тщательно перемешивают. Извлекают ртуть 10 см<sup>3</sup> раствора дитизона в хлороформе (раствор К), перемешивая 3 мин.

Одновременно в тех же условиях, с теми же количествами реактивов готовят контрольный раствор, не содержащий ртути.

После разделения фаз сливают экстракты анализируемого и контрольного раствора в сухие пробирки или стаканчики вместимостью 50 см<sup>3</sup> и измеряют оптическую плотность относительно хлороформа на ФЭК-56 при длине волны 597 нм (светофильтр № 8) и толщине поглощающего свет слоя 5 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу ртути в микрограммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

#### 4.13.3. Проведение анализа

5 г гидроксида натрия (массу анализируемой пробы продукта  $m'$  вычисляют по формуле п. 4.4.2), взвешенного с погрешностью 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> воды и тщательно перемешивают. Полученный раствор нейтрализуют раствором азотной кислоты до pH 4-5, приливают 1 см<sup>3</sup> ее избытка и доводят объем раствора до 50 см<sup>3</sup>. К полученному раствору добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия и кипятят 3 мин.

Если во время кипячения проба обесцвечивается, то добавляют еще 1—2 капли раствора марганцовокислого калия.

По охлаждению прибавляют по каплям раствор солянокислого гидроксидламина до обесцвечивания пробы и 1 см<sup>3</sup> избытка. Через 10 мин вводят 5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, нейтрализуют аммиаком до pH 4 (по универсальной индикаторной бумаге), вводят 5 см<sup>3</sup> буферного раствора и переносят в делительную воронку вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Извлечение ртути и измерение оптической плотности экстракта проводят по п. 4.13.2.

#### 4.13.4. Обработка результатов

Массовую долю ртути ( $X_9$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{M_1 \cdot 100}{m \cdot 10^6},$$

где  $m_1$  — масса ртути, определенная по градуировочному графику, мкг;

$m$  — масса гидроксида натрия в анализируемой пробе, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00002 %, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 4.14. Определение массовой доли меди

Определение проводят по ГОСТ 10554. При этом 10 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 0,4 г NaOH) помещают в делительную воронку вместимостью 50—100 см<sup>3</sup> и нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 (ГОСТ 3118) по универсальной индикаторной бумаге. Далее определение проводят фотометрически с применением диэтилдитиокарбамата свинца или диэтилдитиокарбамата натрия.

#### 4.15. Определение массовой доли калия

Определение проводят по ГОСТ 26726. При этом 25 см<sup>3</sup> раствора А (соответствует 1 г NaOH) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге раствором соляной кислоты 1:4 (ГОСТ 3118), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят по способу 1 или 2, при этом вводят в растворы сравнения 13,2 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия по ГОСТ 4233.

#### 4.13.2.1.—4.15. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка технического едкого натра должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319, упаковка продукта, предназначенного для районов Крайнего Севера, — по ГОСТ 15846.

5.2. Твердый продукт упаковывают: плавленный — в стальные барабаны по ГОСТ 5044, исполнения Б, вместимостью 50—180 дм<sup>3</sup>; чешуированный — в стальные барабаны по ГОСТ 5044, исполнения Б или В, вместимостью 25—250 дм<sup>3</sup>, в навивные картонные барабаны по ГОСТ 17065 типа I или II, вместимостью 25—100 дм<sup>3</sup>, с мешками-вкладышами из полиэтиленовой пленки толщиной 0,1 мм.



Температура продукта при упаковке в барабаны с мешками-вкладышами не должна превышать 50 °С.

Наружная поверхность барабанов с продуктом, предназначенным для длительного хранения, должна быть защищена антикоррозионным покрытием.

5.3. По требованию потребителя твердый чешуированный продукт упаковывают в соответствии с ГОСТ 3885: потребительская тара вида 2—1, 2—9, 11—1, 11—4; группа фасовки VI или VII; транспортная тара — деревянные и фанерные ящики по ГОСТ 18573, наливные картонные барабаны по ГОСТ 17065. Масса нетто продукта в ящиках должна быть не более 20 кг, в барабанах — не более 40 кг.

5.4. По требованию потребителя раствор технического едкого натра заливают в стальные сварные бочки по ГОСТ 13950, типа I, вместимостью 100—200 дм<sup>3</sup>; стальные сварные бочки по ГОСТ 6247, типа I или II, вместимостью 100—275 дм<sup>3</sup>; стальные сварные бочки по ГОСТ 17366, типа I, вместимостью 110—275 дм<sup>3</sup>; в полиэтиленовые бочки вместимостью 50—60 дм<sup>3</sup>; в специализированные контейнеры потребителя (изготовителя), обеспечивающие сохранность продукта.

Бочки и специализированные контейнеры заполняют продуктом на 98 % их вместимости.

Перед заполнением продуктом бочки и специализированные контейнеры должны быть промыты.

Горловины стальных бочек и наливные люки специализированных контейнеров уплотняют резиновыми прокладками, изготовленными из кислотоустойчивой резины средней твердости по ГОСТ 7338, или резиновыми трубками типа 2 по ГОСТ 5496.

5.5. При транспортировании водным транспортом бочки и барабаны с продуктом помещают в универсальные контейнеры по ГОСТ 20259, ГОСТ 20435, ГОСТ 15102.

5.6. Маркировка, характеризующая упакованную продукцию, должна содержать следующие данные:

- товарный знак и наименование предприятия-изготовителя;
- наименование продукта, марку, сорт;
- номер партии и дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Герметичная упаковка» (только на бочки), знака опасности по ГОСТ 19433, черт. 8 (класс 8, подкласс 8.2, классификационный шифр 8212), серийного номера ООН — 1824 (для жидкого продукта) и 1823 (для твердого продукта); на ящики с продуктом, упакованным в стеклянные банки, наносится также манипуляционный знак «Хрупкое. Осторожно».

5.7. Технический едкий натр транспортируют железнодорожным, автомобильным, водным транспортом в крытых транспортных средствах в упаковке и наливом в железнодорожных и автомобильных цистернах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.8. Железнодорожным транспортом продукт перевозят в бочках, барабанах, ящиках повагонно.

Технический едкий натр, предназначенный для медицинской промышленности и производства искусственного волокна, по требованию потребителя транспортируют в железнодорожных цистернах с котлами из нержавеющей стали или гуммированными, принадлежащих потребителю или изготовителю.

Цистерны заполняют едким натром до полной вместимости с учетом объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

Перед заливом цистерны с остатком раствора едкого натра должен быть проведен анализ остатка на соответствие требованиям настоящего стандарта. Если анализ остатка соответствует требованиям настоящего стандарта, то цистерну заполняют продуктом; если анализ остатка не соответствует требованиям настоящего стандарта, то остаток удаляют, а цистерну промывают.

5.9. Технический едкий натр, упакованный в специализированные контейнеры, транспортируют только автомобильным транспортом.

5.10. Продукт, упакованный в бочки, барабаны и ящики, транспортируют в пакетированном виде по ГОСТ 26663, ГОСТ 24957, ГОСТ 21650, ГОСТ 21140, на поддонах по ГОСТ 9557 и ГОСТ 26381.

5.11. Раствор технического едкого натра хранят в закрытых емкостях из материала, стойкого к щелочам.

Упакованный продукт хранят в складских неотапливаемых помещениях.

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

## 6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления.

Сроки и условия хранения продукта, предназначенного для длительного хранения, должны соответствовать установленным требованиям.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.10.79 № 4141

3. Стандарт соответствует международным стандартам: ИСО 979—74; ИСО 981—73; ИСО 984—74; ИСО 3195—75; ИСО 3196—75

В стандарт введен международный стандарт ИСО 5992—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 2263—71

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.1
ГОСТ 12.4.121—83	2.2
ГОСТ 61—75	4.13.1
ГОСТ 199—78	4.13.1
ГОСТ 804—93	4.9.1
ГОСТ 1277—75	4.6.1
ГОСТ 1770—74	4.3.1, 4.3a.1, 4.4.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.13.1
ГОСТ 3118—77	4.3a.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.11, 4.14, 4.15
ГОСТ 3760—79	4.6.1, 4.13.1
ГОСТ 3773—72	4.6.1
ГОСТ 3885—73	3.4, 5.3
ГОСТ 4107—78	4.3a.1
ГОСТ 4160—74	4.10.1
ГОСТ 4204—77	4.13.1
ГОСТ 4212—76	4.13.1
ГОСТ 4232—74	4.10.1
ГОСТ 4233—77	4.15
ГОСТ 4328—77	4.3a.1, 4.4.1
ГОСТ 4461—77	4.4.1, 4.6.1, 4.13.1
ГОСТ 4517—87	4.3.1, 4.3a.1, 4.10.1
ГОСТ 4520—78	4.13.1
ГОСТ 4919.1—77	4.3.1, 4.3a.1, 4.4.1, 4.8.1, 4.9.1
ГОСТ 5044—79	5.2
ГОСТ 5456—79	4.13.1
ГОСТ 5496—78	5.4
ГОСТ 5632—72	4.1.1, 4.1.2
ГОСТ 6247—79	5.4
ГОСТ 6709—72	4.4.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.13.1
ГОСТ 6732.2—89	4.1.2
ГОСТ 7338—90	5.4
ГОСТ 9285—78	4.1.2a
ГОСТ 9293—74	4.3a.1

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 9557—87	5.10
ГОСТ 10398—76	4.9.1
ГОСТ 10554—74	4.14
ГОСТ 10555—75	4.5.1
ГОСТ 10652—73	4.13.1
ГОСТ 10671.1—74	4.7
ГОСТ 10671.5—74	4.8.1
ГОСТ 13950—91	5.4
ГОСТ 14192—96	5.6
ГОСТ 15102—75	5.5
ГОСТ 15846—79	5.1
ГОСТ 17065—94	5.2, 5.3
ГОСТ 17319—76	4.11
ГОСТ 17366—80	5.4
ГОСТ 17433—80	4.3a.1
ГОСТ 18300—87	4.9.1
ГОСТ 18573—86	5.3
ГОСТ 19433—88	5.6
ГОСТ 20259—80	5.5
ГОСТ 20288—74	4.13.1
ГОСТ 20435—75	5.5
ГОСТ 20490—75	4.13.1
ГОСТ 21140—88	5.10
ГОСТ 21650—76	5.10
ГОСТ 22867—77	4.6.1
ГОСТ 24104—88	4.3.1, 4.3a.1, 4.4.1, 4.6.1, 4.9.1, 4.10.1, 4.13.1
ГОСТ 24363—80	4.1.2a
ГОСТ 24957—81	5.10
ГОСТ 25336—82	4.2.2, 4.3.1, 4.3a.1, 4.4.1
ГОСТ 25794.1—83	4.3.1, 4.3a.1
ГОСТ 25794.2—83	4.10.1
ГОСТ 25794.3—83	4.4.1
ГОСТ 26319—84	5.1
ГОСТ 26381—84	5.10
ГОСТ 26663—85	5.10
ГОСТ 26726—85	4.15
ГОСТ 27025—86	4.1a
ГОСТ 27068—86	4.10.1
ТУ 6—09—07—1684—89	4.13.1
ТУ 6—09—4173—76	4.1.2a
ТУ 6—09—5173—76	4.1.2a

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

7. ИЗДАНИЕ (июль 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 10—85, 6—90)

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *Л.А. Гусева*  
Корректор *В.Е. Нестерова*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 21.06.2001. Подписано в печать 03.08.2001. Усл.печ.л. 2,32. Уч.-изд.л.1,95.  
Тираж 92 экз. С 1882. Зак. 282.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов