



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

РЕАКТИВЫ
ДИМЕТИЛФОРМАМИД
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ГОСТ 20289—74

Издание официальное

Б3 6—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

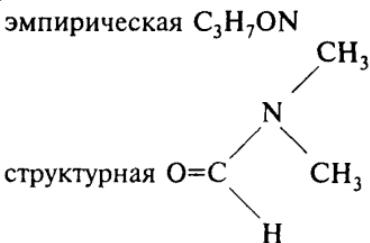
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**Реактивы****ДИМЕТИЛФОРМАМИД****ГОСТ
20289—74****Технические условия**

Reagents. Dimethyl formamide.
Specifications

ОКП 26 3621 0550 05**Дата введения 01.01.75**

Настоящий стандарт распространяется на диметилформамид, представляющий собой бесцветную жидкость со слабым специфическим запахом.

Формулы:



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 73,09.

Требования настоящего стандарта, кроме требований пп. 3—5 табл. 1, являются обязательными.

Допускается изготавливать диметилформамид по ИСО 6353-3—87 (P.59) (см. приложение 1) и проводить анализы по ИСО 6353-1—82 (см. приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1974
 © ИПК Издательство стандартов, 1997
 Переиздание с изменениями

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. По физико-химическим показателям диметилформамид должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма	
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 3621 0553 02	Чистый (ч.) ОКП 26 3621 0551 04
1. Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость	
2. Массовая доля диметилформамида (C_3H_7ON), %, не менее	99,9	99,7
3. Температура кипения при 101325 Па, °C	152,5—154,0	152,0—154,0
4. Плотность при 20 °C, г/см ³	0,9470—0,9490	0,9460—0,9500
5. Показатель преломления η_D^{20}	1,4300—1,4310	1,4290—1,4310
6. Массовая доля диметиламина, %, не более	0,002	0,005
7. Массовая доля муравьиной кислоты, %, не более	0,002	0,005
8. Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,1
9. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,002	0,005
10. Вещества, восстанавливающие марганцовокислый калий	Должен выдерживать испытание по п. 3.10	

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Диметилформамид обладает местным раздражающим (слизистые оболочки дыхательных путей, глаза и кожа) и общетоксическим действием. Проникает в организм через дыхательные пути и неповрежденные кожные покровы.

Диметилформамид относится ко 2-му классу опасности по ГОСТ 12.1.005.

Предельно допустимая концентрация паров диметилформамида в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 10 мг/м³.

2а.2. Диметилформамид — бесцветная горючая подвижная жидкость. Температура вспышки 59 °С, температура самовоспламенения 420 °С, концентрационные пределы воспламенения, % (по объему): нижний — 4,9, верхний — 13,6, температурные пределы воспламенения: нижний 50 °С, верхний 85 °С. В случае воспламенения тушить тонкораспыленной водой, пеной.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.3. Пробы диметилформамида должны храниться под тягой в герметически закрытой таре при постоянно действующей вытяжной вентиляции. При нарушении герметичности тары хранение диметилформамида под тягой и в помещении лаборатории запрещается.

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.5. При работе с диметилформамидом необходимо применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

На рабочем месте необходимо иметь противогаз марки БКФ и огнетушитель ОП-5.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Температуру кипения, плотность и показатель преломления изготавитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характе-

ристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 430 г (453 см³). Диметилформамид для анализа отбирают пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром с погрешностью не более 1 % (по объему).

3.1а, 3.1. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Внешний вид определяют по ГОСТ 14871. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого диметилформамида не будет отличаться от окраски дистиллированной воды.

3.3. Определение содержания диметилформамида

Содержание диметилформамида (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=100-(\Sigma X_i+X_1+X_2+X_3+X_4),$$

где ΣX_i — сумма органических примесей, кроме диметиламина и муравьиной кислоты, определяемых газохроматографически, %;

X_1 — массовая доля диметиламина, определяемая по п. 3.7, %;

X_2 — массовая доля муравьиной кислоты, определяемая по п. 3.7, %;

X_3 — массовая доля воды, определяемая по п. 3.8, %;

X_4 — массовая доля нелетучего остатка, определяемая по п. 3.9, %.

3.3.1. Определение массовой доли органических примесей

3.3.1.1. Приборы и реактивы

Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм.

Микрошприц вместимостью 10 мм³.

Интегратор электронный или измерительная лупа по ГОСТ 25706 и линейка металлическая по ГОСТ 427.

Шкаф сушильный.

Носитель твердый (целит 545 или любой другой с аналогичными характеристиками).

Фаза жидкая неподвижная — полиэтиленгликоль ПЭГ-20000.

Газ-носитель (азот газообразный по ГОСТ 9293 высшего сорта или гелий газообразный очищенный).

Водород технический по ГОСТ 3022.
Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Метанол-яд технический по ГОСТ 2222.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

3.3.1.2. Подготовка к анализу

Гидроокись натрия в количестве 2,5 % и полиэтиленгликоль в количестве 20 % от массы твердого носителя растворяют в метаноле. При постоянном перемешивании в раствор насыпают твердый носитель, предварительно прокаленный при 300 °C. Избыток растворителя удаляют при нагревании и помешивании, полное удаление производят в сушильном шкафу при 150 °C. Колонку заполняют по ГОСТ 21533 и стабилизируют при 200 °C в токе газа-носителя в течение 12 ч.

3.3.1.3. Проведение анализа

Включение и пуск прибора осуществляется в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Условия работы прибора:

температура колонки, °C	(120±2)
температура испарителя, °C	(220±10)
шкала регистрирующего прибора, А.....	$1 \cdot 10^{-10} - 3 \cdot 10^{-10}$
расход газа-носителя, см ³ /мин	(75±5)
расход водорода, см ³ /мин.....	(30±2)
расход воздуха, см ³ /мин.....	(240±20)
объем вводимой пробы, мм ³	(1±0,1).

Порядок выхода компонентов и относительное время удерживания представлены в табл. 2.

Таблица 2

Наименование компонентов	Относительное время удерживания
Диметиламин	0,13
Муравьиная кислота	0,31
Изоамиловый спирт	1,00
Основное вещество	2,00
Неидентифицированное вещество	2,75
Диметилацетамид	3,00
Неидентифицированное вещество	9,12

Массовую долю компонентов определяют методом «внутреннего эталона». В качестве внутреннего эталона используют изоамиловый спирт (0,02 % от массы анализируемой пробы). При установившемся режиме в испаритель хроматографа вводят с помощью микрошипца соответствующий объем анализируемой пробы.

Для определения массовой доли каждого компонента смеси устанавливают градуировочные коэффициенты. Градуировочные коэффициенты для каждого компонента определяют по градуировочным смесям с массовой долей каждой примеси 0,01—0,001 % с добавлением внутреннего эталона.

3.2, 3.3—3.3.1.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.1.4. Обработка результатов

Площади пиков определяют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Измерения проводят с помощью металлической линейки и измерительной лупы.

Допускается определять площади пиков с помощью электронного интегратора.

Градуировочный коэффициент i -го компонента (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{S_{\text{эт}} \cdot m_i}{S_i \cdot m_{\text{эт}}},$$

где $S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», см^2 ;

S_i — площадь пика i -го компонента, см^2 ;

$m_{\text{эт}}$ — масса «внутреннего эталона» в градуировочной смеси, г;

m_i — масса i -го компонента в градуировочной смеси, г.

За градуировочный коэффициент (K_i) принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений смеси одинакового состава.

Массовую долю каждой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot m_{\text{эт}} \cdot K_i}{S_{\text{эт}} \cdot m} \cdot 100,$$

где S_i , $S_{\text{эт}}$ — площади пиков компонентов и «внутреннего эталона», см^2 ;

$m_{\text{эт}}$ — масса «внутреннего эталона» в анализируемом образце, г;

m — масса анализируемого образца без добавления «внутреннего эталона», г;

K_i — градуировочный коэффициент i -го компонента.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Температуру кипения определяют по ГОСТ 18995.6 методом Павлевского.

3.5. Плотность при 20 °С определяют по ГОСТ 18995.1 пикнометром.

3.6. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2.

3.7. Определение содержания диметиламина и муравьиной кислоты

3.7.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl)=
=0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей метилового красного 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Бюretка вместимостью 2 см³ с ценой деления 0,01 см³.

Колба Кн-1—250—29/32 по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 50 см³.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7.2. Проведение анализа

В две колбы наливают по 100 см³ воды, в каждую прибавляют по 3—4 капли метилового красного и в одну из них прибавляют 50 см³ диметилформамида, отмеренного пипеткой. Контрольную колбу оставляют для сравнения окрасок.

Если при этом анализируемый раствор окрасится в желтый цвет, то его титруют из бюretки раствором соляной кислоты до установления цвета раствора одинакового с цветом раствора в контрольной колбе.

Если же раствор в анализируемой колбе окрасится в красный цвет, то его титруют раствором гидроокиси натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.3. Обработка результатов

Содержание диметиламина (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0045 \cdot 100}{50 \cdot 0,95},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0045 — масса диметиламина, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

0,95 — плотность анализируемого препарата, округленная до второго десятичного знака, г/см³.

Содержание муравьиной кислоты (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,0046 \cdot 100}{50 \cdot 0,95},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0046 — масса муравьиной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

0,95 — плотность анализируемого препарата, округленная до второго десятичного знака, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0002 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,0002\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8. Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870 реагентом Фишера (способ 1) из навески анализируемого препарата 9,5 г (10 см³), используя 5 см³ метанола.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.1. Обработка результатов

Содержание воды (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{10 \cdot 0,95},$$

где V — объем реагента Фишера, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_1 — объем реагента Фишера, израсходованный на титрование 5 см³ метанола, см³;

10 — объем препарата, взятый для анализа, см³;

0,95 — плотность анализируемого препарата, округленная до второго десятичного знака, г/см³;

T — титр реагента Фишера, г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.9. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026.

При этом 50 г (53 см³) препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563) и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток сушат при 120 °C.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса нелетучего остатка (X_4) не будет превышать:

для препарата химически чистый — 1 мг;

для препарата чистый — 2,5 мг.

3.10. Определение веществ, восстанавливавших KMnO_4

3.9, 3.10. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации c ($1/5 \text{ KMnO}_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей серной кислоты 5 %.

Колба Кн-1—250—29/32 по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 и 10 см³.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

3.10.2. Проведение анализа

9,5 г (10 см³) препарата, отмеренных пипеткой, помещают в коническую колбу, прибавляют 50 см³ раствора серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 0,1 см³ раствора марганцовокислого калия.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если в течение 5 мин будет наблюдаться розовая окраска без желтоватого оттенка.

3.10.1, 3.10.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.11, 3.11.1, 3.11.2. (Исключены, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 3—1, 3—5, 3—7, 3—9, 8—1, 8—2.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 3, подкласс 3.3, черт. 3, классификационный шифр 3353) и серийный номер ООН 2265.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Препарат транспортируют транспортом всех видов в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Препарат хранят в закрытой таре в помещении для горючих веществ.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие диметилформамида требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Раздел 6. (Исключен, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ I
Обязательное

ИСО 6353-3—87 Реактивы для химического анализа. Часть 3.**Технические условия. Вторая серия****P.59. Диметилформамид HCON(CH₃)₂**

Относительная молекулярная масса: 73,09

P.59.1. Технические требования

Окраска в единицах Хазена, не более.....	10
Плотность при 20 °С, г/см ³	0,945—0,950
Массовая доля диметилформамида (HCON(CH ₃) ₂), %, не менее.....	99,5
Массовая доля нелетучего остатка, %, не более ..	0,005
Кислотность (в миллимолях Н ⁺), не более.....	0,1/100 г
Щелочность (в миллимолях ОН ⁻) 6, не более ..	0,1/100 г
Массовая доля железа (Fe), %, не более.....	0,0005
Массовая доля воды, %, не более.....	0,1

P.59.2. Проведение испытаний**P.59.2.1. Окраска в единицах Хазена**

Следуют указаниям ОМ 36*.

P.59.2.2. Плотность

Следуют указаниям ОМ 24.1*.

P.59.2.3. Определение массовой доли диметилформамида

Определение проводят в соответствии с ОМ 34* при следующих условиях:

Неподвижная фаза	15 % карбовакс 20 М или ПЭГ 400
Носитель	Хромосорб <i>W</i> 0,15—0,18 мм (80—100 меш ASTM) или целин
Длина колонки, м	2—4
Внутренний диаметр колонки, мм	Около 3
Материал, из которого изготовлена колонка	Нержавеющая сталь или стекло
Температура колонки, °С	100—150
Температура испарителя, °С	Около 165
Температура детектора, °С	200—300
Тип детектора	Пламенно-ионизационный

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

C. 12 ГОСТ 20289—74

Газ-носитель Азот
Скорость потока, см³/мин Около 50
Объем анализируемой пробы, мм³ 0,1

P.59.2.4. *Определение массовой доли нелетучего остатка*

100 г (105 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 14*, высушивая остаток в течение 30 мин.

Масса остатка не должна превышать 5 мг.

P.59.2.5. *Определение кислотности*

10 г (10,5 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 13.1*, титруя его раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = = 0,01 моль/дм³ по фенолфталеину.

Объем титрованного раствора гидроокиси натрия не должен превышать 1 см³.

P.59.2.6. *Определение щелочности*

10 г (10,5 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 13.1*, титруя его раствором серной кислоты концентрации c ($\frac{1}{2}$ H₂SO₄) = = 0,01 моль/дм³ по метиловому красному.

Объем титрованного раствора серной кислоты не должен превышать 1 см³.

P.59.2.7. *Определение массовой доли железа*

Определение проводят в соответствии с ОМ 29* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Fe	20	Воздух-ацетилен	248,3

P.59.2.8. *Определение массовой доли воды*

20 г (21 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 12*, используя 20 см³ метанола в качестве растворителя.

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

**ИСО 6353-1—82 Реактивы для химического анализа. Часть 1.
Общие методы испытаний (ОМ)**

5.12. Определение массовой доли воды (ОМ 12)
Следуют указаниям ГОСТ 14870* (метод Карла Фишера).

5.13. Определение кислотности и щелочности (ОМ 13)

5.13.1. Определение кислотности и щелочности жидкостей, смешивающихся с водой (ОМ 13.1)

5.13.1.1. Методика

100 см³ воды помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и кипятят в течение 5 мин для удаления двуокиси углерода. Дав раствору слегка охладиться, добавляют к нему указанный объем анализируемого раствора (Р.59.2.5, Р.59.2.6) и осторожно кипятят еще 5 мин. Затем колбу закрывают притертой пробкой, снабженной хлоркальциевой трубкой с натронной известью, и дают раствору охладиться до комнатной температуры. Затем добавляют указанный индикатор (Р.59.2.5, Р.59.2.6) и титруют указанным титрованным раствором (Р.59.2.5, Р.59.2.6) до достижения соответствующей конечной точки титрования, устойчивой в течение, по крайней мере, 15 с.

5.13.1.2. Обработка результатов

Кислотность или щелочность (в миллимолях Н⁺ или ОН⁻ на 100 г продукта) определяют по формуле

$$\frac{V \cdot c}{m} \cdot 100,$$

где *V* — объем титрованного раствора, израсходованный на титрование, см³;

c — концентрация титрованного раствора в Н⁺ или ОН⁻, моль/дм³;

m — масса образца, находящаяся в указанном объеме анализируемого раствора, г.

5.14. Определение массовой доли нелетучего остатка (ОМ 14)

Упаривают указанную навеску досуха на кипящей водяной бане в подходящей взвешенной посуде вместимостью приблизительно 150 см³ (платиновой, стеклянной, кварцевой). Сушат до постоянной массы при (105±2) °С, как указано в стандарте на конкретный реактив.

5.24. Денситометрия (ОМ 24)

5.24.1. Пикнометрический метод (ОМ 24.1)

5.24.1.1. Методика

* Применяют до введения ИСО 760—78 в качестве государственного стандарта.

Высушенный пикнометр (объем 25—50 см³) взвешивают с точностью до 0,2 мг. Пикнометр заполняют свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой и определяют взвешиванием кажущуюся массу воды при (20±0,1) °С (m_2). Пикнометр освобождают от воды, высушивают, заполняют анализируемым образцом и определяют аналогичным способом кажущуюся массу образца (m_1) при (20±0,1) °С.

5.24.1.2. Обработка результатов

Плотность испытуемого вещества, выраженную в граммах на кубический сантиметр и рассчитываемую с точностью до третьего десятичного знака после запятой, определяют по формуле

$$\frac{m_1 + A}{m_2 + A} \cdot \rho_{\text{в}} ,$$

где m_1 — кажущаяся масса навески испытуемого вещества, г;

m_2 — кажущаяся масса навески воды, г;

$\rho_{\text{в}}$ — плотность воды при 20 °С (0,9982 г/см³);

A — поправка к массе при взвешивании на воздухе;

$$A = \rho_a \cdot V,$$

где ρ_a — плотность воздуха (приблизительно 0,0012 г/см³); V — объем пикнометра, см³.

5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

5.29.1. Общие указания

Испытуемый образец или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник излучения, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2. Методика

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности.

Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников нагрева. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, использу-

зя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Этот метод состоит в том, что определение осуществляют для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликовот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация, приводятся в описаниях, относящихся к определенному конкретному реактиву.

5.34. Газовая хроматография (ОМ 34)

Следуют общим указаниям ГОСТ 21533.

5.36. Определение цвета в единицах Хазена (ОМ 36)

Следуют указаниям ГОСТ 14871* и ГОСТ 18522*.

Приложения 1, 2. (Введены дополнительно, Изм. № 1, 2).

*Применяют до введения ИСО 2211—73 в качестве государственного стандарта.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

М.Б. Недув, Г.В. Грязнов, В.Г. Брудзь, И.Л. Ротенберг,
Э.П. Кравчук, Л.Д. Комиссаренко, Т.К. Палдина

2. УТВЕРЖДЕН В ВВЕДЕНИЕ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 15.11.74 № 2535

3. Срок проверки — 1996 г.

Периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт предусматривает прямое применение разд. 59 международного стандарта ИСО 6353-3—87 «Реактивы для химического анализа. Часть 3. Технические условия. Вторая серия» и международного стандарта ИСО 6353-1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

5. ВЗАМЕН ГОСТ 5.703—70

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2а.1
ГОСТ 427—75	3.3.1.1
ГОСТ 1770—74	3.7.1; 3.10.1
ГОСТ 2222—78	3.3.1.1
ГОСТ 3022—80	3.3.1.1
ГОСТ 3118—77	3.7.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4204—77	3.10.1
ГОСТ 4328—77	3.3.1.1; 3.7.1
ГОСТ 4919.1—77	3.7.1
ГОСТ 5830—79	3.3.1.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 6563—75	3.9
ГОСТ 6709—72	3.7.1; 3.10.1
ГОСТ 9293—74	3.3.1.1
ГОСТ 14870—77	3.8; приложение 2
ГОСТ 14871—76	3.2; приложение 2
ГОСТ 18300—87	3.7.1
ГОСТ 18522—93	Приложение 2
ГОСТ 18995.1—73	3.5
ГОСТ 18995.2—73	3.6
ГОСТ 18995.6—73	3.4
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 20490—75	3.10.1
ГОСТ 21533—76	3.3.1.2; приложение 2
ГОСТ 25336—82	3.7.1; 3.10.1
ГОСТ 25706—83	3.3.1.1
ГОСТ 25794.1—83	3.7.1
ГОСТ 25794.2—83	3.10.1
ГОСТ 27025—86	3.1a
ГОСТ 27026—86	3.9

- 7. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.91 № 2065**
- 8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1987 г., декабре 1991 г. (ИУС 5—87, 4—92)**

*Редактор Л.И. Нахимова
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор В.И. Кануркина
Компьютерная верстка В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 14.01.97. Подписано в печать 05.02.97.
Усл. печ. л. 1,16. Уч.-изд. л. 1,0. Тираж 224 экз. С110. Зак. 100.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.