

## Группа Л51

**Изменение № 3 ГОСТ 4209—77 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.03.94 (отчет Технического секретариата № 1)**

**Дата введения 1995—07—01**

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 203,30»; дополнить абзацем: «Допускается изготовление 6-водного хлористого магния по приложению 1 и проведение анализов по приложению 2».

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

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

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

Пункт 3.1. Заменить значение: 360 на 380.

Пункт 3.2. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10398—76 сразу же после вскрытия банки.

При этом около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Масса 6-водного хлористого магния, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б концентрации точно с ( $\text{дис-}\text{-Na-ЭДТА}$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 M), составляет 0,01017 г»;

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Третий абзац. Заменить обозначение: 1(3)—100 на 1(3)—100—2.

Пункт 3.3.2 дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 20\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.5. Заменить слово: «кислоты» на «кислот».

Пункт 3.5.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Бюretка вместимостью 1 см<sup>3</sup> и ценой деления 0,01 см<sup>3</sup>»;

третий абзац. Заменить обозначение: 1(3)—50 на 1(3)—50—2;

шестой, седьмой абзацы. Заменить слово: «концентрации» на «молярной концентрации»; дополнить словами: «готовят по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 3.6. Второй абзац. Заменить слова: «0,50 г препарата помещают в

*(Продолжение см. с. 24)*

*(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 4209—77)*

круглодонную колбу К-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «0,50 г препарата помещают в круглодонную колбу прибора для определения аммиака дистилляцией»;

шестой абзац. Заменить слово: «азота» на «общего азота».

Пункт 3.7. Второй абзац. Заменить слова: «в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>».

Пункт 3.8. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 15 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса фотометрически»;

шестой абзац. Заменить слово: «заканчивать» на «проводить»;

седьмой абзац. Заменить слово: «заканчиваются» на «проводят».

Пункт 3.9.1. Первый абзац. Заменить обозначение: Кн-2—50—18 ТХС на Кн-2—50—18(22) ТХС;

второй абзац изложить в новой редакции: «Пипетки вместимостью 1 и 10 см<sup>3</sup>»;

третий абзац. Заменить обозначение: 1(3)—50 на 1(3)—50—2;

шестой абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> Ва»;

седьмой абзац. Заменить слова: «в колбу Кн-2—100—22 ТХС (с меткой на 60 см<sup>3</sup>)» на «в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (с меткой на 60 см<sup>3</sup>)».

Пункт 3.9.2. Первый абзац. Заменить слова: «в колбу Кн-2—50—22 ТХС» на «в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>».

Пункт 3.10. Второй абзац. Заменить слова: «мерную колбу 2—50—2 (ГОСТ 1770—74)» на «мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>»;

седьмой абзац. Заменить слово: «заканчивается» на «заканчиваются».

Пункт 3.11.1. Пятый абзац изложить в новой редакции: «Пипетки вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup>»;

шестой абзац. Заменить слово: «вторично» на «дважды».

Пункт 3.11.2.2. Исключить слово: «каждая» (2 раза).

Пункт 3.11.3. Заменить слова: «содержания» на «массовых долей»; «максимального содержания» на «максимальных массовых долей».

Пункт 3.13. Первый абзац дополнить словами: «Масса навески препарата составляет 1,50 г»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнорутной бумаги при взаимодействии с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромнорутной бумаги при взаимодействии с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме».

Пункт 3.14. Второй абзац. Заменить слова: «в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336—82)» на «в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>».

*(Продолжение см. с. 25)*

**Пункт 4.1.** Заменить значение: 3000 г на 3 кг.

**Пункт 6.3.** Заменить слова: «общей приточно-вытяжной вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией».

**Пункт 6.4.** Заменить слово: «меры» на «правила».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

**ПРИЛОЖЕНИЕ 1**  
**Обязательное**

**ИСО 6353—2—83 Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия. Первая серия**

**Р 16. Магний хлористый 6-водный  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ .  
Относительная молекулярная масса 203,31**

**Р 16.1. Технические требования**

Массовая доля 6-водного хлористого магния ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ), %, не менее . . . . .	98,0
pH раствора препарата с массовой долей 5 % . . . . .	5,0—6,5
Массовая доля фосфатов ( $PO_4$ ), %, не более . . . . .	0,0005
Массовая доля сульфатов ( $SO_4$ ), %, не более . . . . .	0,002
Массовая доля общего азота (N), %, не более . . . . .	0,002
Массовая доля бария (Ba), %, не более . . . . .	0,005
Массовая доля кальция (Ca), %, не более . . . . .	0,01
Массовая доля меди (Cu), %, не более . . . . .	0,0005
Массовая доля железа (Fe), %, не более . . . . .	0,0005
Массовая доля свинца (Pb), %, не более . . . . .	0,0005
Массовая доля калия (K), %, не более . . . . .	0,005
Массовая доля натрия (Na), %, не более . . . . .	0,005

**Р 16.2. Приготовление анализируемого раствора**

40 г препарата растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды и разбавляют до 200 см<sup>3</sup> (раствор должен быть чистым и бесцветным).

**Р 16.3. Методы анализа**

**Р 16.3.1. Определение массовой доли 6-водного хлористого магния**

Около 0,8000 г препарата растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды.

К полученному раствору добавляют 1 г хлористого аммония, 1 см<sup>3</sup> раствора аммиака, 0,04 г эриохрома черного Т (смесь) и титруют раствором динатриевой соли этилендиаминететрауксусной кислоты концентрации с 1/2 (ди-Na-ЭДТА) = 0,2 моль/дм<sup>3</sup> до голубой окраски.

1,00 см<sup>3</sup> раствора ди-Na-ЭДТА концентрации с 1/2 (ди-Na-ЭДТА) = 0,2 моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,02033  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ .

Смесь готовят следующим образом: 1 г эриохрома черного Т растирают со 100 г хлористого натрия в мелкий порошок.

**Р 16.3.2. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %**

Определение проводят в соответствии с ОМ 31:1\*, используя стеклянный индикаторный электрод.

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

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 4209—77)

**P 16.3.3. Определение массовой доли фосфатов**

К 50 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р 16.2) прибавляют 30 см<sup>3</sup> воды и анализируют в соответствии с ОМ 4\*.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см<sup>3</sup> фосфатного раствора сравнения II (5 см<sup>3</sup>=0,0005 % PO<sub>4</sub>).

Фосфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор готовят следующим образом: 1,43 г K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**P 16.3.4. Определение массовой доли сульфатов**

20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р 16.2) анализируют в соответствии с ОМ 3\*.

Готовят контрольный раствор, используя 8 см<sup>3</sup> сульфатного раствора сравнения II (8 см<sup>3</sup>=0,002 % SO<sub>4</sub>).

Сульфатный раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 1,81 г K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**P 16.3.5. Определение массовой доли общего азота**

5 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р 16.2) разбавляют водой до 140 см<sup>3</sup> и анализируют в соответствии с ОМ 6\*.

Готовят контрольный раствор, используя 2 см<sup>3</sup> азотсодержащего раствора сравнения II (2 см<sup>3</sup>=0,002 % N).

Азотсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 6,07 г NaNO<sub>3</sub> растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**P 16.3.6. Определение массовой доли кальция, меди, железа и свинца**

Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектроскопии в соответствии с ОМ 29\* при условиях, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ca	5	Воздух-ацетилен	422,7
Cu	10		324,7
Fe	Используют экстракционный растворитель в ОМ 35*		248,3
Pb			217,0 или 283,3

**P 16.3.7. Определение массовой доли бария, калия и натрия**

Определение проводят методом пламенной фотометрии в соответствии с ОМ 30\* при условиях, указанных в табл. 2.

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

(Продолжение см. с. 27)

## (Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 4209—77)

Таблица 2

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Ва	1	Кислород-ацетилен	553,6
К	1		766,5
Na	0,5		589,0

ПРИЛОЖЕНИЕ 2  
Обязательное

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

## 5. Общие методы анализа (ОМ)

## 5.3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

Готовят затравочный раствор, смешивая 0,25 см<sup>3</sup> раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в растворе этанола с объемной долей 30 % и 1 см<sup>3</sup> раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25 %. Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем анализируемого раствора (Р 16.3.4), предварительно подкисленный 0,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %.

Смесь отстаивают в течение 5 мин и сравнивают ее помутнение с помутнением смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

## 5.4. Определение массовой доли фосфатов (ОМ 4)

К указанному объему анализируемого раствора (Р 16.3.3) добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %. pH раствора доводят до 1,8 и нагревают до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 см<sup>3</sup> диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибдено-фосфатный комплекс 0,2 см<sup>3</sup> раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в соляной кислоте. Сравнивают интенсивность синей окраски полученного органического слоя с интенсивностью окраски органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

## 5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему анализируемого раствора (Р 16.3.5), разбавленному при необходимости до 140 см<sup>3</sup>, в приборе Кильдаля, состоящем из колбы Кильдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см<sup>3</sup> реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия с массовой долей 32 %, 2 см<sup>3</sup> реактива Несслера и разбавляют до 100 см<sup>3</sup>.

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

(Продолжение см. с. 28)

## 5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29)

### 5.29.1. Общие указания

Испытуемый образец или его раствор распыляют в высокотемпературное пламя, создаваемое смесью горючего газа и газа-окислителя, 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 атомно-абсорбционным спектрометром.

### 5.29.2. Методика анализа

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 проводят, используя 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) растворов испытуемого образца, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

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

## 5.30. Пламенная фотометрия (ОМ 30)

### 5.30.1. Общие указания

Метод основан на измерении интенсивности светового излучения, испускаемого некоторыми атомами при переходе из возбужденного состояния в состояние с более низкой энергией. Атомы переходят в возбужденное состояние в пламени, создаваемом смесью горючего газа и газа-окислителя. Интенсивность испускаемого атомами излучения измеряют с помощью фотометрической системы либо с монохроматором, либо с фильтрами.

Приложение. Могут быть использованы отличные от указанных в описаниях смеси газов для пламени, при этом может возникнуть необходимость изменить рекомендованные в этих же описаниях концентрации растворов.

### 5.30.2. Методика анализа

Методика анализа сходна с методикой атомно-абсорбционной спектроскопии. Условия для каждого конкретного анализа можно найти в описаниях, касающихся анализируемого реагента.

## 5.31. Определение pH (ОМ 31.1)

### 5.31.1. Общие положения

Рассмотрим гальванический элемент: электрод сравнения-насыщенный раствор KCl-раствор R/pH<sub>H<sub>2</sub></sub>. Для буферных растворов R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> с известными значениями pH, соответственно pH<sub>R<sub>1</sub></sub> и pH<sub>R<sub>2</sub></sub>, измеренные значения разности потенциалов составляют соответственно E<sub>1</sub> и E<sub>2</sub>.

(Продолжение см. с. 29)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 4209—77)

Если раствор  $R$  в рассматриваемом гальваническом элементе заменить исследуемым раствором с неизвестным pH, то по разности измеренных значений потенциалов можно рассчитать pH исследуемого раствора.

Если все измерения проведены при одной и той же температуре и при неизменной концентрации раствора хлорида калия, pH исследуемого раствора может быть рассчитан по следующим формулам:

$$\frac{E_1 - E_{\text{ис}}}{S} + \text{pH}_{R_1};$$

$$\frac{E_2 - E_{\text{ис}}}{S} + \text{pH}_{R_2},$$

где  $E_{\text{ис}}$  — электродвижущая сила гальванического элемента с исследуемым раствором;

$S$  — угловой коэффициент:

$$S = \left( \frac{mV}{\text{pH}} \right) = \frac{E_1 - E_2}{\text{pH}_{R_1} - \text{pH}_{R_2}}.$$

### 5.31.1.2. Apparatura

pH-метр со стеклянным электродом, соединенным с милливольтметром с большим сопротивлением и со шкалой, откалиброванной в единицах pH. Такой прибор, регистрируя разность потенциалов между pH-чувствительным электродом (стеклянным, сурьмянным) и электродом сравнения, соединенным электролитическим мостиком (например, насыщенный раствор KCl), дает возможность непосредственно считывать со шкалы значения pH.

### 5.31.1.3. Калибровка

pH-метр калибруют, используя буферные растворы с известной активностью ионов водорода, например:

- а) оксалатный буферный раствор;
- б) тартратный буферный раствор;
- в) фталатный буферный раствор;
- г) фосфатный буферный раствор;
- д) боратный буферный раствор;
- е) буферный раствор гидроксида кальция.

В табл. 3 приведены значения pH перечисленных буферных растворов в интервале температур 15—35 °C.

Таблица 3

Temperatura, °C	pH буферного раствора					
	а	б	в	г	д	е
15	1,67	—	4,00	6,90	9,27	12,81
20	1,68	—	4,00	6,88	9,22	12,63
25	1,68	3,56	4,01	6,86	9,18	12,45
30	1,69	3,55	4,01	6,85	9,14	12,30
35	1,69	3,55	4,02	6,84	9,10	12,14

### 5.31.1.4. Методика анализа

Готовят анализируемый раствор (кроме тех случаев, когда анализируют непосредственно сам реагент) заданной концентрации, применяя воду, свободную от диоксида углерода.

(Продолжение см. с. 30)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 4209—77)

Одновременно готовят два буферных раствора, среднее значение pH которых примерно равно предполагаемому значению pH анализируемого раствора. Температуру всех трех растворов, а также ячейки прибора устанавливают равной  $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ .

Прибор калибруют с помощью двух буферных растворов, промывая измерительный электрод перед измерением буферным раствором. После промывания электрода водой и анализируемым раствором измеряют pH анализируемого раствора.

Для получения точных результатов необходимо повторять измерения с различными порциями анализируемого раствора без промывания электрода между последовательными измерениями до тех пор, пока pH не будет сохраняться постоянным не менее 1 мин.

5.35. Определение металлов путем экстракции с последующей атомно-абсорбционной спектроскопией (ОМ 35)

Готовят 150 см<sup>3</sup> анализируемого раствора, добавляя соответствующий объем уксусной кислоты или раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % для доведения pH раствора до 5. Полученный раствор разделяют на три равные порции, которые помещают в три делительные воронки. В две из них добавляют контрольные растворы определяемых металлов, в первую — в количестве, эквивалентном предполагаемой предельной массе металла в анализируемом растворе, а во вторую — вдвое большем количестве. Содержимое каждой из трех делительных воронок обрабатывают следующим образом: добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора пирролидин-карбодитиоата аммония с массовой долей 1 %, перемешивают, добавляют 10 см<sup>3</sup> 4-метилпентан-2-она и встряхивают 30 с. После разделения фаз водный слой отбрасывают. Органический слой переносят в мерную колбу на 10 см<sup>3</sup> и разбавляют до метки этанолом с объемной долей 95 %. Полученные экстракти анализируют в соответствии с ОМ 29.

(ИУС № 2 1995 г.)