

## Группа Л51

Изменение № 3 ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 21.10.92 № 1438

Дата введения 01.07.93

Вводная часть. Второй абзац исключить; четвертый абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 158,034»; дополнить абзацем: «Допускается изготовление марганцовово-кислого калия по ИСО 6353/2—83 (Р.26) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1—82 (приложение 2)».

Пункт 1.1. Таблица. Наименование показателя 6 изложить в новой редакции: «6. Массовая доля общего азота (N), %, не более».

Пункт 2а.1. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.007—76 на ГОСТ 12.1.005—88; после значения 0,3 мг/м<sup>3</sup> изложить в новой редакции: «При увеличении концентрации продукт токсичен, действует на центральную нервную систему».

Пункт 2а.2. Заменить слова: «индивидуальные средства защиты» на «средства индивидуальной защиты».

Пункт 2а.3. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной механической вентиляцией» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю общего азота и мышьяка изготавитель определяет периодически в каждой двадцатой партии».

Пункт 3.1а. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

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

Пункт 3.1. Заменить слова: «не должна быть менее 200 г» на «должна быть не менее 120 г».

Пункт 3.2.1. Третий абзац дополнить словами: «готовят по ГОСТ 4517—87»; четвертый абзац дополнить словами: «готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

*(Продолжение изменения к ГОСТ 20490—75)*

пятый абзац перед словом «концентрации» дополнить словом: «молярной»; девятый абзац. Заменить обозначение: 6(7) — 2—5 на 5(6) — 2—5; одиннадцатый абзац. Заменить обозначение: 1(3) — 25 на 1(3) — 25—2.

Пункт 3.2.2. Первый абзац. Заменить слова: «в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>» на «пипеткой в мерную колбу»; второй абзац. Исключить слова: «вместимостью 250 см<sup>3</sup>»; перед словами «раствором 5-водного» дополнить словами: «из бюретки».

Пункт 3.2.3. Формула. Экспликацию перед словом «концентрации» дополнить словом: «молярной» (2 раза); исключить слова: «Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,15 абс. %»;

предпоследний абзац после слова «абсолютное» изложить в новой редакции: «расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15 %»;

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

последний абзац после слова «навеску» дополнить словом: «массой».

Пункт 3.3.1. Четвертый абзац. Заменить значение: 300—400 см<sup>3</sup> на 250—400 см<sup>3</sup>;

шестой абзац после обозначения ТХС дополнить словами: «и В-1—250 (400) ТС»;

седьмой абзац. Заменить обозначение: 1—1000 на 1—1000—2.

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «20.0000 г препарата помещают в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 600 см<sup>3</sup> воды и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы ( $m_1$ ) и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»;

четвертый, восьмой абзацы. Заменить слова: «по содержанию» на «по массе»;

дополнить абзацем (после седьмого): «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата квалификации «химически чистый» —  $\pm 35\%$ , для препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» —  $\pm 20\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ »;

*(Продолжение см. с. 93)*

дополнить абзацем (после последнего): «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 10\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац. Исключить слова: «подготовку препарата к анализу проводят следующим образом»; заменить слова: «в фарфоровую чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup>» на «в выпарительную чашку вместимостью 50 см<sup>3</sup> (ГОСТ 9147—80)»;

второй абзац. Заменить слова: «плотный беззольный фильтр» на обеззоленный фильтр «синяя лента»;

шестой абзац. Заменить значение: 0,1 мг на 0,10 мг; исключить слова: «10 %-ного».

Пункт 3.5.1. Второй абзац. Заменить слово: «перекись» на «пероксид»;

третий абзац дополнить словами: «готовят по ГОСТ 4517—87»;

четвертый абзац дополнить словами: «соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> Cl»;

пятый абзац перед словом «концентрации» дополнить словом: «молярной»;

седьмой абзац. Заменить обозначение: 6(7)—2—5(10) на 5(6)—2—5(10);

восьмой абзац. Заменить обозначение: 1—50 на 1—50—2.

Пункт 3.5.2. Первый, последний абзацы. Заменить слово: «перекиси» на «пероксида»;

шестой абзац. Заменить значение: 0,1 мг на 0,10 мг.

Пункт 3.6. Первый абзац до слова «прибавляют» изложить в новой редакции: «Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата помещают в колбу для отделения аммиака дистилляцией».

Пункт 3.7. Второй абзац изложить в новой редакции: «При этом 5,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), растворяют в 40 см<sup>3</sup> теплой воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и по каплям при перемешивании прибавляют пероксид водорода квалификации «химически чистый» (ГОСТ 10929—76) до обесцвечивания раствора, затем раствор выпаривают на водяной бане досуха»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от взаимодействия с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме»;

последний абзац. Заменить слова: «раствора двуххлористого олова» на «раствора 2-водного хлорида олова (II)».

Пункт 4.1 дополнить абзацем: «На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112) и серийный номер ООН 1490».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

## «ПРИЛОЖЕНИЕ 1

### Обязательное

## ИСО 6353/2—83 «Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия. Первая серия»

### Р.26. КАЛИЙ МАРГАНЦОВО-КИСЛЫЙ KMnO<sub>4</sub>

#### Относительная молекулярная масса 158,04

##### Р.26.1. Технические требования

Массовая доля марганцово-кислого калия (KMnO<sub>4</sub>), %, не менее . . . . . 99

Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более . . . . . 0,1

Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более . . . . . 0,005

Массовая доля сульфатов ( $\text{SO}_4$ ), %, не более . . . . .	0,005
Массовая доля общего азота (N), %, не более . . . . .	0,005
Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более . . . . .	0,003
Массовая доля железа (Fe), %, не более . . . . .	0,002

**P.26.2. Приготовление анализируемого раствора**

5 г препарата растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане. Остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток растворяют приблизительно в 30 см<sup>3</sup> воды и разбавляют до 50 см<sup>3</sup>.

**P.26.3. Методы анализа**

**P.26.3.1. Определение массовой доли марганцово-кислого калия**

Около 1,000 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и растворяют приблизительно в 200 см<sup>3</sup> воды. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

К 50,0 см<sup>3</sup> этого раствора прибавляют 15 см<sup>3</sup> раствора иодистого калия с массовой долей 20 %, 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20 % и титруют выделившийся иод раствором серноватисто-кислого натрия молярной концентрации точно с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> в присутствии раствора крахмала.

Раствор крахмала готовят следующим образом: из 1,0 г растворимого крахмала и 5 см<sup>3</sup> воды приготовляют пасту, вносят ее при перемешивании в 100 см<sup>3</sup> кипящей воды, кипятят несколько минут и охлаждают. Раствор годен в течение двух недель. (Срок годности раствора может быть продлен до нескольких месяцев добавлением нескольких капель раствора формальдегида).

1,00 см<sup>3</sup> раствора серноватисто-кислого натрия молярной концентрации точно с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,00316 г  $\text{KMnO}_4$ .

**P.26.3.2. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ**

2 г анализируемого препарата анализируют в соответствии с ОМ 1\*.

Масса остатка не должна превышать 2 мг.

**P.26.3.3. Определение массовой доли хлоридов**

2 г препарата растворяют в 35 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и по каплям 3 см<sup>3</sup> перекиси водорода. По окончании восстановления разбавляют точно до 100 см<sup>3</sup>. 10 см<sup>3</sup> восстановленного раствора анализируют в соответствии с ОМ 2\*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см<sup>3</sup> хлоридного раствора сравнения II (1 см<sup>3</sup>=0,005 % Cl).

Хлоридный 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: 1,65 г  $\text{NaCl}$  растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**P.26.3.4. Определение массовой доли сульфатов**

10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (P.26.2) анализируют в соответствии с ОМ 3.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см<sup>3</sup> сульфатного раствора сравнения II (5 см<sup>3</sup>=0,005 %  $\text{SO}_4$ ).

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  $\text{K}_2\text{SO}_4$  растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**P.26.3.5. Определение массовой доли общего азота**

1 г препарата растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды и анализируют в соответствии с ОМ 6.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см<sup>3</sup> азотсодержащего раствора сравнения II (5 см<sup>3</sup>=0,005 % N).

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

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  $\text{NaNO}_3$  растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

*P.26.3.6. Определение массовой доли тяжелых металлов*

К 5 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.26.2) прибавляют 5 см<sup>3</sup> воды и анализируют в соответствии с ОМ 7.

Готовят контрольный раствор, используя 1,5 см<sup>3</sup> свинецсодержащего раствора сравнения II (1,5 см<sup>3</sup>=0,008 % Pb).

Свинецсодержащий 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: к 1,60 г Pb ( $\text{NO}_3$ )<sub>2</sub> добавляют 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

*P.26.3.7. Определение массовой доли железа*

К 5 см<sup>3</sup> анализируемого раствора (Р.26.2) прибавляют 5 см<sup>3</sup> воды и анализируют в соответствии с ОМ 8.1.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см<sup>3</sup> железосодержащего раствора сравнения II (1 см<sup>3</sup>=0,002 % Fe).

Железосодержащий 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: к 8,63 г  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

**ПРИЛОЖЕНИЕ 2**  
**Обязательное**

**ИСО 6353/1—82 «Химические реагенты. Часть 1. Общие методы испытаний»**

**5.1. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ (ОМ 1)**

Указанную навеску анализируемого препарата растворяют насколько это возможно в подходящем объеме кипящей воды, охлаждают и фильтруют через стеклянный пористый фильтр с диаметром пор 16—40 мкм, предварительно высушенный в течение 1 ч при  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ , охлажденный в экскаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок на фильтре промывают водой, высушивают

*(Продолжение см. с. 96)*

в течение 1 ч при  $(105 \pm 2)$  °С, охлаждают в эксикаторе, после чего фильтр с осадком взвешивают с точностью до 0,1 мг. Рассчитывают массу осадка.

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем анализируемого раствора подкисляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %.

Смеси дают постоять 2 мин, после чего сравнивают ее опалесценцию с опалесценцией смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

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 этиловом спирте 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, предварительно подкисленного 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.

5.6. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему анализируемого раствора, разбавленному при необходимости до объема 140 см<sup>3</sup> в приборе Кельдаля, состоящем из колбы Кельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси 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 гидроокиси натрия с массовой долей 32 %, 2 см<sup>3</sup> реагента Несслера и разбавляют до объема 100 см<sup>3</sup>.

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

5.7. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Pb) (ОМ 7)

К указанному объему анализируемого раствора добавляют 0,2 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % и насыщают раствор сероводородом или добавляют соответствующий объем водного раствора сероводорода.

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

5.8.1. Определение массовой доли железа с использованием 1,10-фенантролина (ОМ 8.1) по ГОСТ 10555—75».

(ИУС № 1 1993 г.)