

ГОСТ 3652-69
(СТ СЭВ 394-88)

Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА ЛИМОННАЯ МОНОГИДРАТ И БЕЗВОДНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

REAGENTS. CITRIC ACID, MONOHYDRATE AND ANHYDROUS. SPECIFICATIONS

ОКП 26 3451 026008

Дата введения 1970-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В.Грязнов, Т.Г.Манова, Л.В.Кидиярова, И.Л.Ротенберг, Е.Д.Шигина, Т.М.Сас, Н.П.Никонова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.06.69 N 704

3. ВЗАМЕН ГОСТ 3652-69*

* Вероятно, ошибка оригинала. Следует читать: "ГОСТ 3652-51". - Примечание изготовителя базы данных.

4. Периодичность проверки - 5 лет

5. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 394-88.

Стандарт соответствует МС ИСО 6353-2-83 в части квалификации ч.д.а.

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770-74	2.2.1.1, 2.5.1, 2.7.1, 2.12
ГОСТ 3118-77	2.5.1, 2.6.1, 2.7.1
ГОСТ 3885-73	1а.1, 2.1, 3.1
ГОСТ 4108-72	2.6.1
ГОСТ 4147-74	2.7.1

ГОСТ 4204-77	2.7.1, 2.8.1.1
ГОСТ 4206-75	2.5.1
ГОСТ 4212-76	2.5.1, 2.6.1, 2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 4328-77	2.2.1.1, 2.2.2.1
ГОСТ 4461-77	2.8.2.1
ГОСТ 4517-87	2.5.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 4525-77	2.7.1
ГОСТ 4919.1-77	2.2.2.1
ГОСТ 6563-75	2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 6709-72	2.2.1.1, 2.2.2.1, 2.3.1, 2.5.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 10163-76	2.6.1
ГОСТ 10485-75	2.14
ГОСТ 10554-74	2.13
ГОСТ 10555-75	2.10, 2.10.1, 2.10.2
ГОСТ 10671.7-74	2.9
ГОСТ 11088-75	2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 14871-76	2.7.1
ГОСТ 17319-76	2.15, 2.15.1, 2.15.2
ГОСТ 18300-87	2.2.2.1, 2.6.1
ГОСТ 22180-76	2.5.1
ГОСТ 25336-82	2.2.1.1, 2.2.2.1, 2.3.1, 2.5.1, 2.6.1, 2.7.1, 2.8.1.1, 2.8.2.1
ГОСТ 25794.1-83	2.2.1.1, 2.2.2.1, 2.6.1
ГОСТ 26726-85	2.12
ГОСТ 27025-86	2.1a
ГОСТ 27184-86	2.4

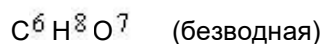
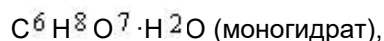
7. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-95)

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в июле 1978 г., в июне 1989 г. (ИУС 11-78, 11-89)

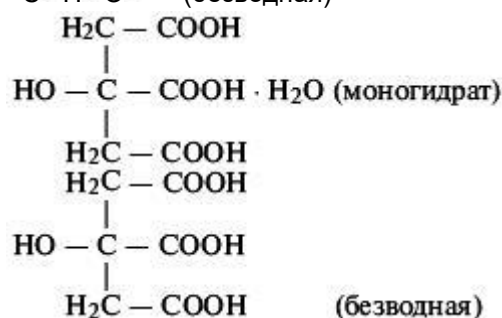
Настоящий стандарт распространяется на моногидрат и безводную лимонную кислоту, представляющую собой бесцветные кристаллы или белый порошок, легкорастворимый в воде и этиловом спирте. Кислота лимонная моногидрат на воздухе выветривается.

Формулы:

эмпирическая



структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 210,14 (моногидрат), 192,13 (безводная).

Лимонную кислоту выпускают трех квалификаций:

химически чистая (х.ч.) - purissimum (puriss);

чистая для анализа (ч.д.а.) - pro analysi (p.a.);

чистая (ч.) - purum (pur.).

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Лимонная кислота моногидрат и безводная должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.1. По физико-химическим показателям лимонная кислота моногидрат и безводная должна соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х.ч.) 26 3451 026305	чистый для анализа (ч.д.а.) 26 3451 026206	чистый (ч.) 26 3451 026107
1. Массовая доля лимонной кислоты ($C_6H_8O_7 \cdot nH_2O$ или $C_6H_8O_7$), %, не менее	99,8	99,8	99,5 (99,0)
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,01
3. Массовая доля остатка после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,01	0,01 (0,02)	0,02 (0,04)
4. Массовая доля оксалатов (C_2O_4), %, не более	0,005	0,05	Не нормируется
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,001	0,002 (0,005)	0,01
6. Испытание на вещества, обугливаемые серной кислотой (винная кислота и другие)	Должен выдерживать испытание по п.2.7		Не нормируется
7. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,001	0,002
8. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0002	0,0005 (0,001)	0,002
9. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0001 (0,0002)	0,0005 (0,001)
10. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001	0,002	0,02
11. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,00005	0,0005	Не нормируется
12. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00001	Не нормируется	

13. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0001	0,0003 (0,0005)	0,001
--	--------	--------------------	-------

Примечание. Лимонную кислоту (моногидрат и безводную) с нормами, указанными в скобках, допускается производить до 01.01.96.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1А. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

1а.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г с ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг с ценой деления 10 мг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г с ценой деления 1 мг).

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней отобранной пробы должна быть не менее 350 г.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.2. Определение массовой доли лимонной кислоты

Определение массовой доли лимонной кислоты проводят потенциометрическим и алкалиметрическим титрованием по фенолфталеину.

При разногласиях в оценке массовой доли лимонной кислоты определение проводят потенциометрическим титрованием.

2.2.1. Определение массовой доли лимонной кислоты потенциометрическим титрованием

2.2.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH)=0,5 моль/дм³ (0,5 н), готовят по ГОСТ 25794.1 (Коэффициент поправки раствора устанавливают по щавелевой кислоте потенциометрическим титрованием в условиях проведения анализа).

Прибор для потенциометрического титрования, удовлетворяющий следующим требованиям:

входное сопротивление для стеклянного электрода - не менее 10⁹ Ом, точность снятия показателей напряжения - не менее 10 мВ, система электродов - стеклянный, насыщенный каломельный или хлорсеребряный.

Бюретка 7-2-10-0,02 по НТД.

Колба 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В(Н)-1-250 по ГОСТ 25336.

Пипетка 2-1-25 по НТД.

Стаканчик для взвешивания СВ-14/8(19/9,24/10) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

2.2.1.2. Проведение анализа

Около 3,0000 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в небольшом количестве воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

В стакан вносят при помощи пипетки 25 см^3 полученного раствора, разбавляют водой до 100 см^3 , помещают в прибор для потенциометрического титрования и при постоянном перемешивании медленно титруют раствором гидроксида натрия почти до точки эквивалентности. Вблизи точки эквивалентности раствор гидроксида натрия добавляют дозами по $0,1 \text{ см}^3$ и после каждой дозы отмечают потенциал E .

2.2.1.3. Обработка результатов

По полученным значениям вычисляют разность между двумя последующими значениями потенциала E и разность между двумя последующими значениями ΔE ; отмечают последнее положительное значение разности ΔE (ΔE_p) и первое отрицательное значение разности ΔE (ΔE_{π}). На основании этих значений вычисляют объем раствора гидроксида натрия концентрации точно $0,5 \text{ моль/дм}^3$, израсходованный на титрование до точки эквивалентности (V) в см^3 .

$$V = V_0 + \Delta V \cdot \frac{\Delta E_p}{\Delta E_p - \Delta E_{\pi}}, \quad (1)$$

где V_0 - объем раствора гидроксида натрия концентрации точно $0,5 \text{ моль/дм}^3$ ($0,5 \text{ н.}$), израсходованный на титрование до точки, соответствующей ΔE_p , см^3 ;

ΔV - объем добавляемых одинаковых доз раствора гидроксида натрия, см^3 ;

ΔE_p - последнее положительное значение разности ΔE , мВ;

ΔE_{π} - первое отрицательное значение разности ΔE , мВ.

Примечание. Пример расчета объема титранта, израсходованного на титрование, приведен в приложении 1.

Массовую долю лимонной кислоты моногидрата (X_1) и безводной (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,035023 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 25}, \quad (2)$$

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,032022 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 25}, \quad (3)$$

где V - объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование до точки эквивалентности, вычисленный по формуле (1), см³;

0,035023 - масса моногидрата лимонной кислоты, соответствующая 1,00 см³ раствора гидроксида натрия концентрации 0,5 моль/дм³, г;

0,032022 - масса безводной лимонной кислоты, соответствующая 1,00 см³ раствора гидроксида натрия концентрации 0,5 моль/дм³, г;

m - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа не должна превышать $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $F=0$,

95.

2.2.2. Алкалиметрическое титрование по фенолфталеину

2.2.2.1. Растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH})=0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Колба Кн-1-250 по ГОСТ 25336.

Бюретка 2-2-25(50)-0,05(0,10) по ГОСТ 25336.

2.2.2.2. Проведение анализа

Около 0,8000 г препарата помещают в колбу для титрования, растворяют в 50 см³ воды, добавляют 5 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до исчезающей розовой окраски.

2.2.2.3. Обработка результатов

Массовую долю лимонной кислоты моногидрата (X_1) и безводной (X_2) в процентах вычисляют по формулам:

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,035023 \cdot 100}{m}; \quad (4)$$

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,032022 \cdot 100}{m}, \quad (5)$$

где V - объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), израсходованный на титрование, см³;

0,035023 - масса моногидрата лимонной кислоты, соответствующая $1,00 \text{ см}^3$ раствора гидроксида натрия, г;

0,032022 - масса безводной лимонной кислоты, соответствующая $1,00 \text{ см}^3$ раствора гидроксида натрия, г;

m - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$

2.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

2.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

2.3.1. Реактивы, посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан В(Н)-1-250(400) ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель ТФ ПОР 10 или ПОР 16 ТХС по ГОСТ 25336.

2.3.2. Проведение определения

50,00 г препарата растворяют при нагревании в 200 см^3 воды в стакане, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане, фильтруют под вакуумом через пористый тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный.

Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 см^3 горячей воды и сушат при 105-110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим стандарту, если масса высушенного остатка не будет превышать:

для препарата х.ч. - 1 мг;

для препарата ч.д.а. - 2,5 мг;

для препарата ч. - 5 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 30% относительно среднего результата.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 45\%$ для квалификации х.ч., $\pm 20\%$ для квалификации ч.д.а. и $\pm 15\%$ для квалификации ч. при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2.3. (Измененная редакция, Изм. N 2).

2.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания (в виде сульфатов)

Определение проводят по ГОСТ 27184 с разложением навески в присутствии серной кислоты. Масса навески препарата 10,00 г.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания не будет превышать:

для препарата х.ч. - 1 мг,

для препарата ч.д.а. - 1(2) мг,

для препарата ч. - 2(4) мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 45\%$ для квалификаций х.ч. и ч.д.а., $\pm 25\%$ для квалификации ч. при доверительной вероятности $P=0,95$.

2.5. Определение массовой доли оксалатов

2.5.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Цинк гранулированный.

Фенилгидразина хлорид по НТД, ч.д.а. раствор с массовой долей 1%.

Калий железосинеродистый (калия гексацианоферрат III) по ГОСТ 4206, раствор с массовой долей 5%, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Раствор с массовой концентрацией щавелевой кислоты 1 мг/см^3 , готовят по ГОСТ 4212.

Колба Кн-2-25(5)-18(22) ТХС по ГОСТ 25336.

Пробирка П1-14(16, 21)-120(150, 200) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 4-1(2)-1(2) по НТД.

Цилиндр 1-10 по ГОСТ 1770.

2.5.2. Проведение анализа

1,00 г препарата растворяют в 4 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2 см^3 соляной кислоты, 1 г цинка и нагревают на водяной бане в течение 1 мин. Затем оставляют в покое на 2 мин, после чего раствор переносят в пробирку, содержащую $0,25 \text{ см}^3$ раствора солянокислого фенилгидразина, и нагревают до кипения. Быстро охладив раствор, измеряют его объем, переносят в колбу, прибавляют такой же объем соляной кислоты и $0,25 \text{ см}^3$ раствора железосинеродистого калия, перемешивают и оставляют в покое на 30 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата х.ч. - $0,05 \text{ мг C}_2\text{H}_2\text{O}_4$,

для препарата ч.д.а. - $0,5 \text{ мг C}_2\text{H}_2\text{O}_4$

и те же количества реакти

вов.

2.6. Определение массовой доли сульфатов

2.6.1. Реактивы, растворы, посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Барий хлористый (бария хлорид) по ГОСТ 4108, спиртовой раствор с массовой долей 5%, готовят следующим образом: 5,0 г реактива растворяют в смеси 66,5 см³ воды и 28,5 см³ этанола.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl})=1$ моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4517.

Желатин, раствор с массовой долей 0,2%.

Раствор с массовой концентрацией SO_4^{2-} 1 мг/см³, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией SO_4^{2-} 0,01 мг/см³.

Раствор прививочный (1 порция), готовят следующим образом: в пробирку помещают 0,1 см³ раствора с массовой концентрацией SO_4^{2-} 0,01 мг/см³, подкисляют 1 см³ раствора соляной кислоты, добавляют 3 см³ раствора хлорида бария и встряхивают 1 мин; раствор применяют свежеприготовленным.

Спирт этиловый ректификованный технический (этанол) по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Колба Кн-2-50-18, Кн-1-50-14/23(19/26) по ГОСТ 25336.

Пробирка П-1-14-120 по ГОСТ 25336.

Пипетка 8-2-0,1(0,2) и 6(7)-2-25

по НТД.

2.6.2. Проведение анализа

2,50 г препарата квалификации х.ч. или 1,00 г препарата квалификации ч.д.а. или 0,50 г препарата квалификации ч. помещают в коническую колбу и растворяют в 30 см³ воды. Добавляют 1 см³ раствора желатина (или 1 см³ раствора крахмала) и 1 порцию прививочного раствора, объем раствора доводят водой до 50 см³ и тщательно перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1 ч опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата х.ч. - 0,025 мг SO_4^{2-} ,

для препарата ч.д.а. - 0,02(0,05) мг SO_4^{2-} ,

для препарата ч. - 0,05 мг SO_4^{2-}

и те же количества реактивов

2.4-2.6. (Измененная редакция, Изм. N 2).

2.7. Испытание на вещества, обугливаемые серной кислотой (винная кислота и другие)

2.7.1. Реактивы, растворы, посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10%, готовят по ГОСТ 4517.

Железо хлорное (железа (III) хлорид) 6-водное по ГОСТ 4147, основной раствор; готовят по ГОСТ 14871.

Кобальт хлористый (кобальта (II) хлорид) 6-водный по ГОСТ 4525, основной раствор; готовят по ГОСТ 14871.

Колба 1(2)-100-2 по ГОСТ 1770.

Пробирка П1-16(21)-150(200) ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 4-1(2)-2, 6-1(2)-5(10, 25) по НТД.

2.7.2. Проведение анализа

1,00 г растертого препарата для квалификации х.ч. или 0,50 г препарата для квалификации ч.д.а. помещают в пробирку и осторожно прибавляют 10 см³ серной кислоты. Пробирку осторожно помещают в кипящую водяную баню и продолжают нагревание в течение 30 мин, предохраняя от света.

Препарат считают соответствующим стандарту для квалификации х.ч. и ч.д.а., если окраска испытуемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, содержащего 1,1 см³ раствора хлористого кобальта, 5,4 см³ раствора хлорного железа и 3,5 см³ воды.

2.8. Определение массовой доли фосфатов

2.8.1. Метод определения массовой доли фосфатов по окраске молибденовой сини

2.8.1.1. Реактивы, растворы, посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Магний азотнокислый (магния нитрат) 6-водный по ГОСТ 11088.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20% готовят по ГОСТ 4517.

Раствор с массовой концентрацией PO₄ 1 мг/см³, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией PO₄ 0,01 мг/см³.

Реактив для определения фосфатов (по окраске молибденовой сини с метолом) готовят по ГОСТ 4517.

Колба Кн-2-50-22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 6-1(2)-10, 4-1(2)-1(2) по НТД.

Чашка платиновая по ГОСТ 6563.

Пробирка П1-16(21)-150(200) ТХС по ГОСТ 25336.

2.8.1.2. Проведение анализа

2,00 г препарата квалификации х.ч. или ч.д.а. или 1,00 г препарата квалификации ч. помещают в платиновую чашку, добавляют раствор, содержащий 0,3 г нитрата магния в 2 см³ воды, высушивают, сжигают и прокаливают до получения белого остатка, который растворяют в 6,3 см³ раствора серной кислоты. Раствор переносят в пробирку и доводят объем раствора водой до 20 см³. К раствору добавляют по 1 см³ растворов 1 и 2 реактива для определения фосфатов и нагревают в течение 20 мин на водяной бане при температуре (60±2) °С. После охлаждения до комнатной температуры объем раствора доводят водой до 25 см³ и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 30 мин при комнатной температуре синяя окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата х.ч. - 0,01 мг PO₄,

для препарата ч.д.а. - 0,02 мг PO₄,

для препарата ч. - 0,02 мг PO₄

и те же количества реактиво

в.

2.8.2. Метод определения массовой доли фосфатов по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса

2.8.2.1. Реактивы, растворы, посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25%, готовят по ГОСТ 4517.

Магний азотнокислый (магния нитрат) 6-водный по ГОСТ 11088.

Раствор с массовой концентрацией PO₄ 1 мг/см³ готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор с массовой концентрацией PO₄ 0,01 мг/см³.

Реактив для определения фосфатов (по окраске желтого комплекса) готовят по ГОСТ 4517.

Чашка платиновая по ГОСТ 6563.

Пипетка 4-1(2)-1(2), 6-(2)-10(25) по НТД.

Колба Кн-2-50-22 ТХС по ГОСТ 25336.

2.8.2.2. Проведение анализа

2,00 г препарата помещают в платиновую чашку, смешивают с 0,5 г азотнокислого магния и смачивают 1 см³ воды. Нагревают на песчаной бане, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 400-500 °С до полного сгорания угля. При неполном сгорании остаток смачивают водой, выпаривают раствор на водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета. К остатку прибавляют 2 см³ раствора азотной кислоты и выпаривают раствор на водяной бане почти досуха. Остаток растворяют в 15 см³ воды при нагревании на водяной бане, раствор переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³, охлаждают, прибавляют 10 мл реактива на фосфаты и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин при комнатной температуре желтая окраска раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного

одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата х.ч. - 0,01 мг PO_4 ,

для препарата ч.д.а. - 0,02 мг PO_4 ,

для препарата ч. - 0,04 мг PO_4

и те же количества реактивов.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят методом определения по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса

2.9. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7.

При этом 5,00 г препарата квалификации х.ч. или ч.д.а. или 2,50 г препарата квалификации ч. помещают в коническую колбу и далее испытание проводят визуально-нефелометрическим методом по способу 1.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 15 мин после выдержки в темноте опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата х.ч. - 0,01 мг Cl ,

для препарата ч.д.а. - 0,025(0,05) мг Cl ,

для препарата ч. - 0,05 мг Cl

и те же количества реактивов.

2.10. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555 1,10-фенантролиновым или роданидным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа проводят определение 1,10-фенантролиновым методом фотометрически.

2.10.1. 1,10-фенантролиновый метод

2,00 г препарата квалификации х.ч. и ч.д.а. или 1,00 г препарата квалификации ч. помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 15 см³ воды, прибавляют раствор аммиака до pH 5 по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос) и перемешивают. Далее определение проводят 1,10-фенантролиновым методом по ГОСТ 10555.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля железа не будет превышать:

для препарата х.ч. - 0,002 мг,

для препарата ч.д.а. - 0,002(0,004) мг,

для препарата ч. - 0,005(0,01) мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

2.10.2. Роданидный метод

2,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10555 роданидным методом с предварительным окислением железа надсерноокислым аммонием.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля железа не будет превышать:

для препарата х.ч. - 0,002 мг,

для препарата ч.д.а. - 0,002(0,004) мг,

для препарата ч. - 0,01(0,02) мг.

2.7.1-2.10. (Измененная редакция, Изм. N 2).

2.10.2.1-2.11.2. (Исключены, Изм. N 1, 2).

2.12. Определение массовой доли кальция

Определение проводят пламенно-фотометрическим методом по ГОСТ 26726. При определении используют колбу 2-100-1(2) по ГОСТ 1770 и пипетки 6(7)-1(2)-25 и 4-1(2)-1(2) по НТД.

5,00 г препарата растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Масса Са, введенная в раствор сравнения, мг	Массовая доля Са в пересчете на препарат, %
1	0,05	0,001
2	0,1	0,002
3	0,25	0,005
4	0,5	0,01
5	1,0	0,02
6	1,5	0,03

Растворы сравнения с массовой долей в интервале 0,001-0,03% Са готовят следующим образом: в шесть мерных колб помещают по 25 см³ воды и указанные в табл.2 массы Са, доводят объем растворов водой до метки и тщательно перемешивают.

Далее проводят определение по ГОСТ 26726.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ доверительной вероятности $P=0,95$.

2.12. (Измененная редакция, Изм. N 2).

2.12.1-2.12.8. (Исключен, Изм. N 2).

2.13. Определение массовой доли меди

Определение проводят по ГОСТ 10554 методом с применением диэтилдитиокарбамата натрия. При этом 5,00 г препарата квалификации х.ч. помещают в цилиндр с шлифованной пробкой вместимостью 100 см³, растворяют в 40 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора соляной кислоты, 5 см³ раствора трилона Б и 5 см³ раствора пиродифосфорнокислого натрия (пиродифосфата натрия) и перемешивают, или 1,00 г препарата квалификации ч.д.а. помещают в цилиндр с шлифованной пробкой вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, 1 см³ раствора трилона Б, 2 см³ раствора пиродифосфата натрия и перемешивают.

К полученному раствору прибавляют 7 см³ изоамилового спирта, два раза по 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, перемешивая после каждого прибавления в течение 1 мин, раствор выдерживают до полного расслоения. Далее определение проводят по ГОСТ 10554.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля меди не будет превышать:

для препарата х.ч. - 0,0025 мг Cu,

для препарата ч.д.а. - 0,005

мг Cu.

2.14. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485 с применением бромно-ртутной бумаги. При этом трубка в приборе для определения мышьяка должна иметь диаметр 2-3 мм.

5,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка и далее определение проводят в сернистой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумажки от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумажки от раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата х.ч. - 0,0005 мг As

и те же количества реактивов.

2.15. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319 сероводородным или тиацетамидным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят тиацетамидным методом фотометрически.

2.15.1. Сероводородный метод

Определение проводят по ГОСТ 17319.

При этом 5,00 г препарата растворяют в 15 см³ воды, нейтрализуют раствором аммиака до pH 7 по универсальной индикаторной бумажке (проба на вынос), объем раствора доводят водой до 30 см³ и далее проводят анализ сероводородным методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата х.ч. - 0,005 мг Pb,

для препарата ч.д.а. - 0,015(0,025) мг Pb,

для препарата ч. - 0,05 мг Pb

и те же количества реактивов.

2.15.2. Тиацетамидный метод

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 5,00 г препарата растворяют в 10-15 см³ раствора аммиака, при необходимости доводят pH раствора до 7 раствором аммиака или соляной кислоты по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), доводят объем раствора водой до объема 20 см³ и далее проводят определение фотометрическим тиацетамидным методом или визуально-колориметрическим.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля тяжелых металлов не будет превышать:

для препарата х.ч. - 0,005 мг Pb,

для препарата ч.д.а. - 0,015(0,025) мг Pb,

для препарата ч. - 0,05 мг Pb.

2.12-2.15. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 2-7, 2-9, 3-5, 11-1, 11-3, 11-6.

Группа фасовки: II, III, IV, V, VI, VII.

3.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

3.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

Разд.3. (Измененная редакция, Изм. N 2).

4. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

4.1. Изготовитель гарантирует соответствие лимонной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

4.2. Гарантийный срок хранения препарата - три года со дня изготовления.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Лимонная кислота вызывает раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

5.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

5.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Все работы с препаратом следует проводить в вытяжном шкафу.

5.4. Лимонная кислота негорючее и непожароопасное вещество.

Разд.4; 5. (Введены дополнительно, Изм. N 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 Справочное

ПРИМЕР РАСЧЕТА МАССОВОЙ ДОЛИ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ

Объем титрованного раствора NaOH, см ³	Полученный потенциал E , мВ	Разность между двумя последующими величинами E , мВ	Разность между последующими величинами ΔE , мВ
8,2	639	77	+126
8,3	716	203	
8,4	919	44	-159
8,5	963		

Введя в формулу полученные величины при $K=1,021$, вычисляют

$$V = \left(8,3 + 0,1 \cdot \frac{126}{126 - (-159)} \right) \cdot 1,021 = 8,519.$$

Массовой доли лимонной кислоты ($C^6H^8O^7 \cdot H^2O$) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{35,024 \cdot 8,519}{2,9875} = 99,88.$$

(Измененная редакция, Изм. N 2).

Приложение 2. (Исключено, Изм. N 2).

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1997