Межгосударственный стандарт ГОСТ 20490-75"Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия"(утв. постановлением Госстандарта СССР от 11 февраля 1975 г. N 389)

Reagents. Potassium permanganate. Specifications

Дата введения 1 марта 1975 г.

Взамен ГОСТ 5.1071-71,

ГОСТ 4527-65

Настоящий стандарт распространяется на марганцовокислый калий, представляющий собой темно-фиолетовые, почти черные, кристаллы с сине-стальным блеском. Растворим в воде. Водный раствор имеет нейтральную реакцию.

Формула $KMnO_4$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) - 158,034.

Допускается изготовление марганцовокислого кадия по ИСО 6353/2-83 (Р.26) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1-82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. N 3).

1. Технические требования

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

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

1.1. По физико-химическим показателям марганцовокислый калий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х ч) ОКП 26 2113 0603 04	Чистый для анализа (ч д а) ОКП 26 2113 0602 05	Чистый (ч) ОКП 26 2113 0601 06
1. Массовая доля марганцовокислого калия ($KMnO_4$), %, не менее	99,5	99,5	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ (исключая MnO_2), %, не более	0,005	0,010	0,015
3. Массовая доля окиси марганца (IV) (MnO_2), %, не более	0,1	0,1	0,2
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005	0,01
5. Массовая доля хлоридов и хлоратов (Cl), %, не более	0,002	0,003	0,01
6. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,002	0,003	0,005
7. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00001	0,00002	0,00002

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

2а. Требования безопасности

2а.1. Марганцовокислый калий относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.005-88. Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны в пересчете на MnO_2 - 0,3 $мг/м^3$. При увеличении концентрации продукт токсичен, действует на центральную нервную систему..

2а.2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты, соблюдать правила личной гигиены и не допускать попадания препарата внутрь организма.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2а.1 - 2а.3. (Измененная редакция, Изм. N 3).

2а.4. Марганцовокислый калий - негорючий пожароопасный продукт, является сильным окислителем. Горючие материалы в смеси с марганцовокислым калием способны самовоспламеняться в обычных условиях хранения и интенсивно гореть. С отдельными горючими материалами (серой, фосфором) образует высокочувствительные к механическим воздействиям смеси, способные взрываться. При загорании упаковок с препаратом следует применять для тушения распыленную воду.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. N 2).

2. Правила приемки

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

2.2. Массовую долю общего азота и мышьяка изготовитель определяет периодически в каждой двадцатой партии.

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

3. Методы анализа

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025-86.

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

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.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 120 г.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.2. Определение массовой доли марганцовокислого калия

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

калий йодистый по ГОСТ 4232-74, х.ч.;

кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор с массовой долей 20%; готовят по ГОСТ 4517-87;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 0,5%; свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 4919.1-77;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86, раствор молярной концентрации с

$\left(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right) = 0{,}1$ моль/дм^3
(0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2-83;

бюретка вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3 ;

колба 2-250-2 по ГОСТ 1770-74;

колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82;

пипетка вместимостью 5 и 25 см^3 ;

стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336-82;

цилиндр 1(3)-25-2 по ГОСТ 1770-74.

3.2.2. Проведение анализа

Около 1,2000 г препарата помещают пипеткой в мерную колбу и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

25 $см^3$ полученного раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 25 $см^3$ воды, 2 г йодистого калия, 20 $см^3$ раствора серной кислоты, перемешивают и титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую, затем добавляют 2 $см^3$ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами растворов йодистого калия и серной кислоты и при необходимости вносят соответствующую поправку в результаты определения.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю марганцовокислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00316 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V - объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия молярной концентрации точно 0,1 $моль/дм^3$, израсходованный на титрование, $см^3$;

m - масса навески препарата, г;

0,00316 - масса марганцовокислого калия, соответствующая 1 $см^3$ раствора 5-водного серноватистокислого натрия молярной концентрации точно 0,1 $моль/дм^3$, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0{,}4\%$ при доверительной вероятности P=0,95.

Допускается использовать навеску массой около 0,1500 г без разбавления.

3.2.1 - 3.2.3. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ и окиси марганца (IV)

3.3.1. Реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

кислота серная по ГОСТ 4204-77;

кислота щавелевая по ГОСТ 22180-76;

жидкость промывная; готовят следующим образом: 10,00 г щавелевой кислоты помещают в стакан вместимостью 250 - 400 $см^3$, растворяют в 200 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ серной кислоты, перемешивают и фильтруют;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336 82;

стакан В-1-1000 ТХС и В-1-250 (400) ТС то ГОСТ 25336-82;

цилиндр 1-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

3.3.2. Проведение анализа

20,0000 г препарата помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в 600 $см^3$ 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).

Остаток на фильтре промывают водой до полного исчезновения розовой окраски в промывной воде и сушат в сушильном шкафу при 105 - 110°С до постоянной массы (m_2).

Далее остаток на фильтре промывают сначала 200 $см^3$ промывной жидкости, нагретой до кипения, а затем 100 $см^3$ горячей воды и снова сушат в сушильном шкафу при 105 - 110°С до постоянной массы (m_3).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по массе нерастворимых в воде веществ (исключая окись марганца (IV), если разность $m_3 - m_1$ не будет превышать:

для препарата химически чистый - 1 мг;

для препарата чистый для анализа - 2 мг;

для препарата чистый - 3 мг.

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 Р=0,95.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по

массе окиси марганца (IV), если разность $m_2 - m_3$ не будет превышать:

для препарата химически чистый - 20 мг;

для препарата чистый для анализа - 20 мг;

для препарата чистый - 40 мг.

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

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74 визуально-нефелометрическим методом (способ 1). При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$; прибавляют 15 $см^3$ воды, 3 $см^3$ этилового спирта (ГОСТ 18300-87, высший сорт), 3 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата и обесцвечивания раствора. Полученный раствор количественно переносят в выпарительную чашку вместимостью 50 $см^3$ (ГОСТ 9147-80) и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 5 $см^3$ воды и снова выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в небольшом количестве воды, переносят в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ (с меткой на 25 $см^3$), доводят объем водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют через промытый горячей водой обеззоленный фильтр "синяя лента", прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, 3 $см^3$ раствора крахмала и 6 $см^3$ раствора хлористого бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на темном фоне через 30 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,02 мг SO_4 ;

для препарата чистый для анализа - 0,05 мг SO_4 ;

для препарата чистый - 0,10 мг SO_4 ,

1 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, 3 $см^3$ раствора крахмала и 6 $см^3$ раствора хлористого бария.

В результат вносят поправку на содержание сульфатов в применяемом количестве реактивов, определяемую контрольным опытом.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.5. Определение массовой доли хлоридов и хлоратов

3.5.1 Реактивы, растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

водорода пероксид по ГОСТ 10929-76;

кислота азотная по ГОСТ 4461-77, х. ч., раствор с массовой долей 25%; готовят по ГОСТ 4517-87;

Раствор, содержащий С1; готовят, по ГОСТ 4212-76; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 $мг/см^3$ Cl;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор молярной концентрации с $(AgNO_3)=0{,}1$ $моль/дм^3$ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3-83;

колба Кн-2-100-22 ТХС по ГОСТ 25336-82;

пипетки вместимостью 5 (10) $см^3$;

цилиндр 1-50-2 по ГОСТ 1770-74,

3.5.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 30 $см^3$ теплой воды и прибавляют при перемешивании смесь, состоящую из 6 $см^3$ раствора азотной кислоты, 10 $см^3$ воды и 3 $см^3$ пероксида водорода.

После полного обесцвечивания и охлаждения раствора прибавляют 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на темном фоне через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,02 мг Cl;

для препарата чистый для анализа - 0,03 мг Cl;

для препарата чистый - 0,10 мг Cl;

6 $см^3$ раствора азотной кислоты, 3 $см^3$ пероксида водорода и 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра.

3.5.1, 3.5.2. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.6. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4-74. При этом 1,00 г препарата помещают в колбу для отделения аммиака дистилляцией, прибавляют 40 $см^3$ воды, 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 2,5 г щавелевой кислоты. После полного обесцвечивания раствора его нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до начала выпадения осадка гидроокиси марганца и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса общего азота не будет.превышать:

для препарата химически чистый - 0,02 мг;

для препарата чистый для анализа - 0,03 мг;

для препарата чистый - 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

3.7. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485-75.

При этом 5,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147-80), растворяют в 40 $см^3$ теплой воды, прибавляют 5 $см^3$ 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.

Остаток после охлаждения растворяют в 30 $см^3$ воды и далее определение проводят методом с применением бромнортутной бумаги в сернокислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной 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:

для препарата химически чистый - 0,0005 мг As;

для препарата чистый для анализа - 0,001 мг As;

для препарата чистый - 0,001 мг As,

20 $см^3$ раствора серной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора 2-водного хлорида олова (II).

3.6, 3 7. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

4. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4.

Группа фасовки: III, IV, V, VI.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433-88 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112) и серийный номер ООН 1490.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

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

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

Не допускается хранение совместно с легковоспламеняющимися веществами, горючими материалами и кислотами.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.4. (Исключен, изм. N 2).

5. Гарантии изготовителя

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие марганцовокислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения;

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

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. N 2).

Приложение 1

Обязательное

ИСО 6353/2-83 "Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия. Первая серия"

Р26 КАЛИЙ МАРГАНЦОВОКИСЛЫЙ KMn04

Относительная молекулярная масса 158,04

Р.26.1. Технические требования

Массовая доля марганцовокислого калия	
($KMnO_4$), %, не менее	99
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,1
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,005
Массовая доля сульфатов (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

Р.26.2 Приготовление анализируемого раствора

5 г препарата растворяют в 50 $см^3$ воды, прибавляют 30 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане. Остаток растворяют в 5 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток растворяют приблизительно в 30 $см^3$ воды и разбавляют до 5,0 $см^3$.

Р.26.3. Методы анализа

Р.26.3.1 Определение массовой доли марганцовокислого калия

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

К 50,0 $см^3$ этого раствора прибавляют 15 $см^3$ раствора йодистого калия с массовой долей 20%, 15 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 20% и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия молярной концентрации точно с

$$\left(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right) = 0{,}1 \text{ моль/дм}^3$$

в присутствии раствора крахмала.

Раствор крахмала готовят следующим образом: из 1,0 г растворимого крахмала и 5 $см^3$ воды приготовляют пасту, вносят ее при перемешивании в 100 $см^3$ 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 $см^3$ раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации точно с

$$\left(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right) = 0{,}1 \text{ моль/дм}^3$$

соответствует 0,00316 г $KMnO_4$.

Р.26.3.2. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

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

Масса остатка не должна превышать 2 мг.

Р.26.3.3. Определение массовой доли хлоридов

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

Готовят контрольный раствор, используя 1 $см^3$ хлоридного раствора сравнения II (1 $см^3$ = 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 NaCl растворяют, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.26.3.4. Определение массовой доли сульфатов

10 $см^3$ анализируемого раствора (Р.26.2) анализируют в соответствии с ОМ 3.

Готовят контрольный раствор, используя 5 $см^3$ сульфатного раствора сравнения II (5 $см^3$ = 0,005% 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 следующие образом: 1.81 г K_2SO_4 растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.26.3.5 Определение кассовой доли общего азота

1 г препарата растворяют в 100 $см^3$ воды и анализируют в соответствии с ОМ 6.

Готовят контрольный раствор, используя 5 $см^3$ азотсодержащею раствора сравнения II (6 $см^3$ = 0,005% 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 $NaNO_3$ растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.26 3.6. Определение массовой доли тяжелых металлов

К 5 $см^3$ анализируемого раствора (Р.26.2) прибавляют 5 $см^3$ воды и анализируют в соответствии с ОМ 7.

Готовят контрольный раствор, используя 1,5 $см^3$ свинецсодержащего раствора сравнения II (1,5 $см^3$ = 0,003% 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 $Pb(NO_3)_2$ добавляют 1 $см^3$ азотной кислоты, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

Р.26.37 Определение массовой доли железа

К 5 $см^3$ анализируемого раствора (Р.26.2) прибавляют 5 $см^3$ воды и анализируют в соответствии с ОМ 8.1.

Готовят контрольный раствор, используя 1 $см^3$ железосодержащего раствора сравнения II (1 $см^3$ = 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 следующий образом: к 8,63 г $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 25%, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают.

---

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

Приложение 2

Обязательное

ИСО 6353/1-82 "Химические реактивы. Часть 1. Общие методы испытаний"

5.1. Определение массовой доли нерастворимых 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 ± 2)°С, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок на фильтре промывают водой, высушивают в течение 1 ч при (105 ± 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 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и добавляют 1 $см^3$ 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 $см^3$ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02% в этиловом спирте с объемной долей 30% и 1 $см^3$ 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 $см^3$ 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.

5.5. Определение массовой доли общего азота (ОМ 6)

К указанному объему анализируемого раствора, разбавленному при необходимости до объема 140 $см^3$ в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32% и 1,0 г сплава Деварда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 $см^3$ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5%. Добавляют 3 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32%, 2 $см^3$ реактива Несслера и разбавляют до объема 100 $см^3$.

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 $см^3$ 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.

Приложения 1 и 2. (Введены дополнительно, Изм. N 3).