

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 марганцово-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/м³ 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 изготовитель 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 см³» на «пипеткой в мерную колбу»;

второй абзац. Исключить слова: «вместимостью 250 см³»; 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 см³ на 250—400 см³;

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 см³, растворяют в 600 см³ 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» — ± 35 %, для препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» — ± 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 $P \approx 0,95$ ».

Пункт 3.4. Первый абзац. Исключить слова: «подготовку препарата к анализу проводят следующим образом»; заменить слова: «в фарфоровую чашку вместимостью 50 см³» на «в выпарительную чашку вместимостью 50 см³ (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/см³ 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 см³ теплой воды, прибавляют 5 см³ 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 бромнортутной бумаги от взаимодействия с анализируемым раствором не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от взаимодействия с раствором, приготовленным одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме»;

последний абзац. Заменить слова: «раствора двухлористого 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 KMnO₄

Относительная молекулярная масса 158,04

Р.26.1. Технические требования

Массовая доля марганцово-кислого 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 см³ воды, прибавляют 30 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане. Остаток растворяют в 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Остаток растворяют приблизительно в 30 см³ воды и разбавляют до 50 см³.

Р.26.3. Методы анализа

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

Около 1,000 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и растворяют приблизительно в 200 см³ воды. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

К 50,0 см³ этого раствора прибавляют 15 см³ раствора иодистого калия с массовой долей 20 %, 15 см³ 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/дм³ в присутствии раствора крахмала.

Раствор крахмала готовят следующим образом: из 1,0 г растворимого крахмала и 5 см³ воды готовят пасту, вносят ее при перемешивании в 100 см³ 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 см³ раствора серноватисто-кислого натрия молярной концентрации точно с ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) = 0,1 моль/дм³ соответствует 0,00316 г КМпО₄.

Р.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.

Р.26.3.3. *Определение массовой доли хлоридов*

2 г препарата растворяют в 35 см³ воды, прибавляют 5 см³ азотной кислоты и по каплям 3 см³ перекиси водорода. По окончании восстановления разбавляют точно до 100 см³. 10 см³ восстановленного раствора анализируют в соответствии с ОМ 2*.

Готовят контрольный раствор, используя 1 см³ хлоридного раствора сравнения II (1 см³ = 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 см³ и перемешивают.

Р.26.3.4. *Определение массовой доли сульфатов*

10 см³ анализируемого раствора (Р.26.2) анализируют в соответствии с ОМ 3.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см³ сульфатного раствора сравнения II (5 см³ = 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 следующим образом: 1,81 г K_2SO_4 растворяют в воде, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.26.3.5. *Определение массовой доли общего азота*

1 г препарата растворяют в 100 см³ воды и анализируют в соответствии с ОМ 6.

Готовят контрольный раствор, используя 5 см³ азотсодержащего раствора сравнения II (5 см³ = 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 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 $\text{см}^3 = 0,003\%$ 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.26.3.7. 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 $\text{см}^3 = 0,002\%$ 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 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^3 раствора серной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и перемешивают.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353/1—82 «Химические реактивы. 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 эксикаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок на фильтре промывают водой, высушивают

(Продолжение см. с. 96)

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 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и добавляют 1 см³ 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 см³ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте с объемной долей 30 % и 1 см³ 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 см³ 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 см³ в приборе Кьельдаля, состоящем из колбы Кьельдаля и перегонного устройства, добавляют 5 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 % и 1,0 г сплава Дебарда или алюминиевой проволоки. Выдерживают в течение 1 ч. Отгоняют 75 см³ реакционной смеси в мерный цилиндр, содержащий 5,0 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 %. Добавляют 3 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 32 %, 2 см³ реактива Несслера и разбавляют до объема 100 см³.

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 см³ 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.)