ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КВАСЦЫ АЛЮМИНИЕВО-КАЛИЕВЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 15028—77

Издание официальное

БЗ 11—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 661.862.84:006.354 Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КВАСЦЫ АЛЮМИНИЕВО-КАЛИЕВЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ

Технические условия

ГОСТ 15028—77

Aluminium potassium sulfate technical.
Specifications

ОКП 21 5712 0100

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на технические алюминиево-калиевые квасцы, получаемые взаимодействием растворов сульфата алюминия, хлорида калия и сульфата натрия.

Алюминиево-калиевые квасцы предназначаются для кожевенной, текстильной, целлюлозно-бумажной и других отраслей промышленности.

Формула $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Алюминиево-калиевые квасцы должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям алюминиево-калиевые квасцы должны соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

раствора измеряют через 15 мин на фотоэлектрическом колориметре по отношению к раствору сравнения так же, как указано в п. 3.7.2.

Массовую долю железа в анализируемом растворе в миллиграммах находят по градуировочному графику.

3.7.4. *Обработка результатов*

Массовую долю железа в пересчете на оксид железа (III) (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 1{,}4297 \cdot \frac{250}{1000} \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;
1,4297 — коэффициент пересчета железа на оксид железа (III);
m — масса навески анализируемого продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0003 %, при доверительной вероятности P=0,95.

3.7.1—3.7.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.8. Определение массовой доли мышьяка в пересчете на оксид мышьяка (III)

3.8.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы*

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973, 1-го сорта.

Раствор А, содержащий в 1 см^3 1 мг мышьяка (III), готовят по ГОСТ 4212. Раствор Б, содержащий в 1 см^3 0,001 мг мышьяка (III), готовят следующим образом: 1 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают; раствор Б применяют в день приготовления.

Бумага, пропитанная раствором бромной ртути; готовят по ГОСТ 4517. Хранят бумагу в банках из оранжевого стекла; бумага годна в течение месяца.

Вата, дважды пропитанная раствором уксуснокислого свинца; готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 15 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., разбавленная 1:4.

Натрия гидрат окиси (гидроокись натрия) по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %.

Олово (II) хлорид 2-водное по ТУ 6—09—5393, раствор с массовой долей 10 % в растворе соляной кислоты с массовой долей 15 %.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Цинк гранулированный, кусочки цинка, по возможности одного размера.

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104 2-го класса точности с диапазоном взвешивания от 50 мг до 200 г.

Гири по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

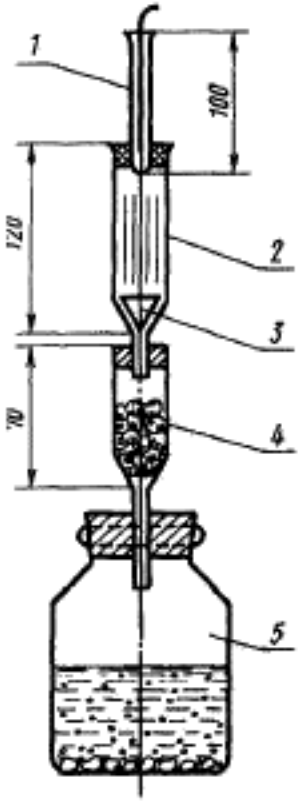
Пипетки по ГОСТ 29227.

Цилиндр по ГОСТ 1770.

Устройство для определения мышьяка, состоит из широкогорлой склянки *5* вместимостью 100 см³, стеклянной трубки *1* диаметром 0,5 см, стеклянных трубок *2* и *4* диаметром 1,5 см. Прибор собирают на резиновых пробках, как указано на чертеже.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

Прибор для определения мышьяка



3.8.2. *Подготовка к анализу*

В трубку *4* помещают вату, пропитанную раствором уксуснокислого свинца. Трубку *2* заполняют фильтровальной бумагой, пропитанной раствором уксуснокислого свинца. Вниз помещают сложенный в виде конуса кружок этой бумаги *3*, а над кружком — полоски длиной 10 см и шириной 1—1,2 см. В стеклянную трубку *1* вставляют, как указано на чертеже, бумагу шириной 0,3—0,4 см, пропитанную раствором бромной ртути. Нижний конец этой бумаги должен быть несколько выше пробки трубки *2*.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.8.3. *Проведение анализа*

1 г пробы взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и помещают в склянку прибора, приливают 20 см³ воды, 20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора двухлористого олова, перемешивают, быстро насыпают 5 г цинка и сразу же закрывают колбу пробкой с насадкой. Раствор осторожно перемешивают вращательными движениями и оставляют в покое на 1,5 ч.

Окраску бромно-ртутной бумаги под влиянием анализируемого раствора сравнивают с

окраской бумаги под влиянием раствора, содержащего 2 $см^3$ раствора Б, 10 $см^3$ воды, 20 $см^3$ раствора серной кислоты, 0,5 $см^3$ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

При меньшей интенсивности окраски бумаги массовая доля мышьяка в пересчете на оксид мышьяка (III) в анализируемом растворе меньше 0,0003 %.

При одинаковой интенсивности окраски обеих бумаг массовая доля мышьяка в пересчете на оксид мышьяка (III) составляет 0,0003 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Алюминиево-калиевые квасцы транспортируют транспортом всех видов (кроме авиации) в упакованном виде в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте соответствующих видов.

Продукт, упакованный в специализированные мягкие контейнеры, транспортируют на открытом подвижном составе без перегрузок в пути следования в соответствии с условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными МПС.

Упакованный в мешки и бочки продукт транспортируют пакетами в соответствии с ГОСТ 26663. Средства скрепления груза в пакеты — по ГОСТ 21650. Масса и габаритные размеры — по ГОСТ 24597. Несущие средства пакетирования — плоские поддоны по ГОСТ 9078, ГОСТ 9557 и ГОСТ 26381.

Допускается по согласованию с потребителем отгрузка продукта в непакетированном виде.

Железнодорожным транспортом продукт транспортируют повагонными и мелкими отправками.

Мелкими отправками транспортируют продукт, упакованный в бочки.

4.2. Алюминиево-калиевые квасцы должны храниться в закрытых складских помещениях в неповрежденной упаковке изготовителя.

Продукт, упакованный в специализированные контейнеры, допускается хранить на специальных площадках с твердым покрытием со стоком вод, обеспечивающих работы грузовых механизмов.

Срок хранения продукта не ограничен.

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

Разд. 5. **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

К.В. Ткачев, Н.И. Баянова, В.М. Масалович, Н.А. Брынских, Л.А. Трифонова, Г.А. Мошкарева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.01.77 № 193**

3. **Срок проверки — 1998 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 15028—69**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.005—88	1а.1, 1а.5
ГОСТ 12.1.016—79	1а.6
ГОСТ 12.3.009—76	1а.8
ГОСТ 12.4.013—85	1а.4
ГОСТ 12.4.021—75	1а.5
ГОСТ 12.4.034—85	1а.4
ГОСТ 12.4.103—83	1а.4
ГОСТ 61—75	3.5.1
ГОСТ 199—78	3.5.1, 3.7.1
ГОСТ 1027—67	3.8.1
ГОСТ 1770—74	3.5.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 1973—77	3.8.1
ГОСТ 2226—88	1.3
ГОСТ 3118—77	3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 3640—94	3.5.1
ГОСТ 3760—79	3.5.1
ГОСТ 4108—72	3.6.1
ГОСТ 4204—77	3.5.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 4212—76	3.7.1, 3.8.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4328—77	3.8.1
ГОСТ 4517—87	3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 4919.1—77	3.5.1
ГОСТ 5456—79	3.7.1
ГОСТ 6709—72	3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 7328—82	3.5.1, 3.6.1, 3.8.1
ГОСТ 8273—75	1.3
ГОСТ 8777—80	1.3
ГОСТ 9078—84	4.1
ГОСТ 9557—87	4.1
ГОСТ 10354—82	1.3
ГОСТ 10398—76	3.5.1
ГОСТ 10652—73	3.5.1
ГОСТ 10929—76	3.5.1, 3.6.1
ГОСТ 14192—96	1.2
ГОСТ 21650—76	4.1
ГОСТ 24104—88	3.5.1, 3.6.1, 3.8.1
ГОСТ 24597—81	4.1
ГОСТ 26381—84	4.1
ГОСТ 26663—85	4.1
ГОСТ 29227—91	3.5.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 29251—91	3.5.1, 3.7.1
ТУ 6—09—5171—84	3.5.1
ТУ 6—09—5359—88	3.7.1
ТУ 6—09—5393—88	3.8.1

6. Ограничение срока действия снято по Протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1981 г., июле 1987 г., феврале 1993 г. (ИУС 3—82, 12—87, 9—93)

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.07.97. Подписано в печать 15.08.97.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,81. Тираж 135 экз. С802. Зак. 587.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Наименование показателя	Значение
1. Внешний вид	Мелкокристаллический порошок белого цвета, не содержащий комков, крупных кристаллов и посторонних включений
2. Массовая доля оксида алюминия, %, не менее	10,5
3. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	0,02
4. Массовая доля железа в пересчете на оксид железа (III), %, не более	0,007
5. Массовая доля мышьяка в пересчете на оксид мышьяка (III), %, не более	0,0003

Примечание. Допускается по согласованию с потребителем изготовлять продукт с массовой долей нерастворимого в воде остатка не более 0,10 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Маркировка

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

Кроме того, на транспортную тару наносят следующие надписи, характеризующие продукцию:

наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;

наименование продукта;

номер партии;

обозначение настоящего стандарта.

1.3. Упаковка

Алюминиево-калиевые квасцы упаковывают в специализированные мягкие контейнеры типов МКР-1,О С, МКР-1,О М, МКО-1,О С или полиэтиленовые мешки-вкладыши, вложенные в четырехслойные бумажные мешки марки НМ, или ламинированные по ГОСТ 2226 массой нетто не более 50 кг. Полиэтиленовые мешки запаивают, бумажные мешки прошивают машинным способом.

По согласованию с потребителем допускается упаковывание продукта в деревянные сухотарные бочки по ГОСТ 8777 вместимостью не более 100 дм^3 с вложенными в них пленочными мешками-вкладышами или выложенные внутри полиэтиленовой пленкой по ГОСТ 10354 или оберточной бумагой по ГОСТ 8273.

1.2, 1.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Алюминиево-калиевые квасцы пожаро-, взрывобезопасны. По степени воздействия на организм продукт относится к классу опасности III в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

1а.2. Алюминиево-калиевые квасцы поступают в воздух рабочей зоны в виде пыли и аэрозоля.

Предельно допустимая концентрация алюминиево-калиевых квасцов в воздухе рабочей зоны производственных помещений 0,5 мг/м^3 в пересчете на алюминий.••

Пыль алюминиево-калиевых квасцов может вызвать раздражение верхних дыхательных путей.

1а.3. В воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ или факторов алюминиево-калиевые квасцы токсичных веществ не образуют.

1а.4. Работающие с алюминиево-калиевыми квасцами должны быть обеспечены специальной одеждой и средствами защиты рук в соответствии с ГОСТ 12.4.103, средствами индивидуальной защиты органов дыхания по ГОСТ 12.4.034, лица и глаз — по ГОСТ 12.4.013.

1а.5. Производственные и лабораторные помещения, в которых проводят работы с алюминиево-калиевыми квасцами, должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией и местной вентиляцией, соответствующей требованиям ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Оборудование и коммуникации должны быть герметизированы.

1а.6. Контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться по методикам, соответствующим требованиям ГОСТ 12.1.016.

1а.7. Алюминиево-калиевые квасцы, не выдержавшие испытания, должны утилизироваться в технологическом цикле производства продукта.

1а.8. При погрузке и выгрузке алюминиево-калиевых квасцов должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ 12.3.009.

1а.9. Охрана природы

Воздух, содержащий пыль алюминиево-калиевых квасцов, перед выбросом в атмосферу подвергают очистке до установленных норм предельно допустимых выбросов.

Сточные воды, образующиеся в результате смывов, влажной уборки и мокрой очистки воздуха, используют в технологическом цикле производства.

Производство алюминиево-калиевых квасцов технологических твердых отходов не имеет. Забракованные партии продукта перерабатывают в установленном порядке.

Отходы алюминиево-калиевых квасцов у потребителя подлежат обезвреживанию в соответствии с документацией, утвержденной в установленном порядке.

Разд. 1а. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Алюминиево-калиевые квасцы принимаются партиями. Партией считается продукт, однородный по своим физико-химическим показателям, сопровождаемый документом о качестве, массой не более грузоподъемности одного вагона.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

количество мест в партии;

обозначение настоящего стандарта;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.2. Для контроля качества продукта, упакованного в мешки или бочки, отбирают 5 % общего числа упаковочных единиц, но не менее двух единиц при партии менее 40 упаковочных единиц.

Для продукта, упакованного в контейнеры, объем выборки устанавливают в зависимости от количества контейнеров в партии: от 2 до 10 — 2 контейнера, от 10 до 30 — 3 контейнера, от 30 до 50 — 4 контейнера, свыше 50 — 5 контейнеров.

Для контроля качества алюминиево-калиевых квасцов у изготовителя допускается точечные пробы отбирать перед упаковыванием непрерывно через равные интервалы времени в количестве не менее 0,004 % продукта от массы партии.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят по нему повторный анализ на удвоенной выборке.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы продукта отбирают щупом, погружая его не менее чем на $^3/_4$ глубины мешка, бочки, контейнера по вертикальной оси.

Масса точечной пробы, отобранной от каждой единицы продукции, должна быть не менее 0,2 кг.

3.2. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и сокращают квартованием до средней пробы массой не менее 0,5 кг.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Среднюю пробу алюминиево-калиевых квасцов помещают в чистую сухую стеклянную плотно закрываемую банку, на которую наклеивают этикетку с указанием наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3а. Общие требования

Результат анализа каждого показателя округляют до последнего знака, указанного для данного показателя в таблице технических требований.

Допускается применение других методик анализа, прошедших метрологическую аттестацию и имеющих точностные характеристики не ниже, чем методов, предусмотренных настоящим стандартом.

При разногласиях в оценке показателя качества анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3.4. Внешний вид определяют визуально.

3.5. Определение массовой доли оксида алюминия

3.5.1. *Средства измерений, реактивы и растворы*

Бюретка по ГОСТ 29251.

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104 2-го класса точности с диапазоном взвешивания от 50 мг до 200 г.

Гири по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

Колба мерная по ГОСТ 1770.

Мензурка по ГОСТ 1770.

Пипетки по ГОСТ 29227.

Термометр.

Цилиндр по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:3.

Буферный раствор с pH 6, готовят по ГОСТ 10398.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор концентрации $c(CH_3COOH)=1$ моль/дм^3.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,5 %, готовят по ГОСТ 10398, годен в течение месяца.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6—09—5171, раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c (ЭДТА)=0,05 моль/дм^3, готовят и устанавливают коэффициент молярности по ГОСТ 10398.

Цинк азотнокислый, раствор концентрации $c(Zn(NO_3)_2)$ = =0,05 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 10398 из металлического цинка по ГОСТ 3640 марки ЦО или ЦВ.

3.5.2. *Проведение анализа*

20 г квасцов взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и приливают 100 см^3 горячей воды, нагретой до 60—70 °С, 1 см^3 раствора перекиси водорода. После охлаждения доводят до метки водой.

10 см^3 полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и подкисляют серной кислотой по метиловому оранжевому до перехода окраски раствора в розовую. Приливают в колбу 25 см^3 раствора трилона Б и нейтрализуют аммиаком до перехода окраски раствора в желтую. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают до комнатной температуры, приливают 10 см^3 буферного раствора, пять капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором азотнокислого цинка до перехода лимонно-желтой окраски анализируемого раствора в розово-фиолетовую.

Одновременно проводят контрольный опыт с тем же количеством реактивов, но без анализируемого раствора.

Раствор сохраняют для определения массовой доли железа.

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю оксида алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}002549 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

где V — объем раствора азотнокислого цинка, концентрации $c(Zn(NO_3)_2)$=0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем раствора азотнокислого цинка, концентрации $c(Zn(NO_3)_2)$=0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

0,002549 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого цинка концентрации точно $c(Zn(NO_3)_2)$=0,05 моль/дм^3, г;

m — масса навески анализируемого продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.5.1—3.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.6. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

3.6.1. *Средства измерений, реактивы и растворы*

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104 2-го класса точности с диапазоном взвешивания от 50 мг до 200 г.

Гири по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

Муфельная печь, обеспечивающая температуру нагрева 950—1000 °С.

Фильтр обеззоленный «синяя лента».

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6.2. *Проведение анализа*

20 г квасцов взвешивают (результат взвешивания записывают с

точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 200 см^3, растворяют в 100 см^3 горячей воды, приливают 1 см^3 раствора перекиси водорода и фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента».

Фильтр с осадком промывают горячей водой до исчезновения сульфат-иона в промывных водах (пробы с хлористым барием), затем высушивают, озоляют и прокаливают до постоянной массы в муфельной печи при температуре 950—1000 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимого в воде остатка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески анализируемого продукта, г;

m_1 — масса прокаленного остатка, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,003 %, при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7. Определение массовой доли железа в пересчете на оксид железа (III)

3.7.1. *Средства измерений, реактивы и растворы*

Бюретка по ГОСТ 29251.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Пипетки по ГОСТ 29227.

Колориметр фотоэлектрический типа ФЭК-56М или КФК. Определение проводят с зеленым светофильтром (при λ, равной 500—540 нм), используя кюветы с толщиной рабочего слоя раствора 50 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а., раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517.

2, 2′-дипиридил, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят следующим образом: 5 г 2, 2′-дипиридила растворяют в горячей воде, содержащей 5—8 см^3 соляной кислоты, и разбавляют водой до 1 дм^3.

1, 10-фенантролин, раствор с массовой долей 0,2 %; готовят следующим образом: 0,5 г реактива растворяют в 250 см^3 горячей воды.

Раствор охлаждают и хранят в склянке из оранжевого стекла.

Аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (железо-аммонийные квасцы) по ТУ 6—09—5359, раствор А, содержащий 1 мг железа в 1 $см^3$; готовят по ГОСТ 4212.

Раствор Б, содержащий в 1 $см^3$ 0,01 мг железа; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки раствором серной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)$=0,01 моль/$дм^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(HCl)$ = = 0,1 моль/$дм^3$.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 20 %.

3.7.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят растворы: в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отмеряют из бюретки 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09 и 0,10 мг железа. В каждую колбу последовательно приливают 4 $см^3$ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 4 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия, 4 $см^3$ раствора 1, 10-фенантролина или 2, 2'-дипиридила и доводят до метки водой. После добавления каждого реактива содержимое колб перемешивают. Одновременно готовят раствор сравнения, в который приливают все те же реактивы, кроме раствора Б.

Оптическую плотность полученных растворов измеряют через 15 мин на фотоэлектрическом колориметре относительно раствора сравнения.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в растворах массы железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности растворов.

3.7.3. *Проведение анализа*

25 $см^3$ раствора, полученного, как указано в п. 3.5.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 4 $см^3$ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 4 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия, 4 $см^3$ раствора 1, 10-фенантролина или 2, 2'-дипиридила и доводят до метки водой. После добавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого раствора. Оптическую плотность анализируемого