ГОСТ 596—89

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НАТРИЙ СЕРНИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ (Натрия сульфид)

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.833.511: 006.354 Группа Л14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НАТРИЙ СЕРНИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
(Натрия сульфид)

Технические условия

ГОСТ
596—89

Sodium sulphide for industrial use.
Specifications

ОКП 21 5311

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на технический сернистый натрий (натрия сульфид), предназначенный для металлургической, легкой, химической и других отраслей промышленности.

Настоящий стандарт устанавливает требования к техническому сернистому натрию, изготовляемому для нужд народного хозяйства и экспорта.

Формула $Na_2S \cdot nH_2O$ (n = 1,9 –2,4).

Молекулярная масса сернистого натрия (по международным атомным массам 1971 г.) — 78,04.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Сернистый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Характеристики

1.2.1. Сернистый натрий выпускается в сыпучем виде (гранулированный, чешуированный) и в виде монолита трех марок, области применения которых приведены в приложении 1.

1.2.2. По физико-химическим показателям сернистый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки					
	А		Б		В	
	Сыпучий ОКП 21 5311 0500	Монолит ОКП 21 5311 0200	Сыпучий ОКП 21 5311 0600	Монолит ОКП 21 5311 0300	Сыпучий ОКП 21 5311 0700	Монолит ОКП 21 5311 0400
1. Внешний вид	Монолитная масса, чешуйки, гранулы от светло-коричневого до темно-коричневого цвета					
2. Массовая доля сернистого натрия (Na_2S), %	63—67 (61—67)		63—67 (61—67)		63—67 (61—67)	
3. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	0,1		0,2		0,5	
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,03		0,06		Не нормируется	

Примечание. Продукт с нормами, указанными в скобках, допускалось производить до 01.01.93.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989
© ИПК Издательство стандартов, 2002

1.2.3. Средний срок сохраняемости сернистого натрия — 2 года.

1.3. Требования безопасности

1.3.1. Сернистый натрий пожаро-, взрывобезопасен, токсичен, хорошо растворим в воде, при соприкосновении с кислотами выделяет сероводород.

1.3.2. Предельно допустимая концентрация сернистого натрия в воздухе рабочей зоны — 0,2 мг/м^3.

Класс опасности — 2 (вещества высокоопасные) по ГОСТ 12.1.005.

1.3.3. В воздушной среде и сточных водах в присутствии кислот сернистый натрий выделяет сероводород — горючий взрывоопасный газ.

Предельно допустимая концентрация сероводорода в воздухе рабочей зоны — 10 мг/м^3. Класс опасности — 2 по ГОСТ 12.1.005.

1.3.4. Работающие с сернистым натрием должны быть обеспечены специальной одеждой 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*, кожи рук — по ГОСТ 20010.

1.3.5. Производственные и лабораторные помещения, в которых проводят работы с сернистым натрием, 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.

1.3.6. Контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться по методикам, соответствующим требованиям ГОСТ 12.1.016, утвержденным Минздравом СССР.

1.3.7. Сернистый натрий, не выдержавший испытания, должен утилизироваться в технологическом цикле производства продукта.

1.3.8. При погрузке и выгрузке сернистого натрия должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ 12.3.009.

1.4. Охрана природы

1.4.1. Воздух, содержащий пары и аэрозоль сернистого натрия, перед выбросом в атмосферу должен подвергаться сухой и мокрой очистке до установленных норм предельно допустимых выбросов.

Сточные воды, образующиеся в результате смывов, влажной уборки и мокрой очистки (промывки) воздуха, подлежат очистке и использованию в оборотном водоснабжении.

Твердые отходы производства сернистого натрия подлежат утилизации. Неутилизируемые отходы подлежат обезвреживанию в соответствии с санитарными правилами о порядке накопления, транспортирования, обезвреживания и захоронения токсичных промышленных отходов.

1.4.2. Отходы сернистого натрия у потребителя подлежат обезвреживанию в соответствии с документацией, утвержденной в установленном порядке.

1.5. Маркировка

1.5.1. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Герметичная упаковка» и знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.3, классификационный шифр группы 8312, серийный номер ООН 1849).

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

наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;

наименование и марку продукта;

номер партии;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

При упаковке сернистого натрия в контейнеры ярлык с обозначениями вкладывают в карман контейнера или прикрепляют с двух его противоположных сторон. Допускается наносить маркировку с помощью трафарета несмываемой краской на боковую поверхность контейнера.

1.5.2. Маркировка сернистого натрия, предназначенного для экспорта, — в соответствии с требованиями внешнеэкономической организации.

1.6. Упаковка

1.6.1. Сернистый натрий упаковывают в стальные барабаны для химических продуктов типа БТ II $Б_1$-50 (100) по ГОСТ 5044 и специализированные контейнеры типа СК-1—5 (7) по ГОСТ 19668. Барабаны для продукта, предназначенного для экспорта, с наружной стороны должны иметь защитное лакокрасочное покрытие.

---

* В Российской Федерации по ГОСТ Р 12.4.013—97.

Упаковка сыпучего продукта проводится также в мягкие специализированные контейнеры типа МКР-1,0 С, специализированные контейнеры типа СК-2—5, бумажные мешки, дублированные резинобитумной смесью, четырех-, пятислойные бумажные мешки марок НМ и БМ по ГОСТ 2226 с внутренним полиэтиленовым мешком-вкладышем (толщина пленки 0,100 мм) или полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811.

Полиэтиленовые мешки-вкладыши заваривают, бумажные прошивают машинным способом.

Масса нетто мешков — не более 50 кг.

Предельное отклонение от номинальной массы сернистого натрия при фасовании не должно превышать ± 1,5 %.

1.6.2. Упаковка продукта, предназначенного для экспорта, должна соответствовать ГОСТ 26319.

2. ПРИЕМКА

2.1. Сернистый натрий принимают партиями. Партией считают количество продукта, изготовленного за период не более одной смены, массой не более грузоподъемности одного вагона и сопровождаемого одним документом о качестве.

Документ о качестве (паспорт) должен содержать:

товарный знак и (или) наименование предприятия-изготовителя;

наименование, марку продукта и классификационный шифр группы;

массу нетто, брутто;

номер партии;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта;

результаты проведенных испытаний или подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;

количество упаковочных единиц, входящих в партию;

подтверждение о нанесении на упаковку знака опасности по ГОСТ 19433.

2.2. Для проверки соответствия качества сернистого натрия требованиям настоящего стандарта проводят приемосдаточные испытания.

2.3. Для контроля качества продукта от партии сернистого натрия отбирают случайную выборку.

Объем выборки сернистого натрия, упакованного в барабаны и мешки, составляет 3 % общего числа единиц продукции, но не менее двух при партии менее 60 единиц.

Объем выборки сернистого натрия, упакованного в контейнеры, устанавливается в зависимости от числа контейнеров в партии: от 2 до 10 —2; свыше 10 до 30 —3; свыше 30 до 50 —4; свыше 50 —5.

2.4. Для контроля качества сернистого натрия у изготовителя допускается точечные пробы отбирать перед упаковыванием непрерывно или через равные интервалы времени не менее 0,1 кг от каждых 4 т продукта.

2.5. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенной выборке от той же партии.

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Отбор проб проводят по следующей схеме:

из упаковочных единиц продукции, отобранных для контроля, или массы продукта перед упаковыванием отбирают точечные пробы;

из точечных проб составляют объединенную пробу;

из объединенной пробы отбирают среднюю пробу для анализа.

3.1.2. Точечные пробы сернистого натрия, поступающего на упаковывание в виде монолита или сыпучего продукта, отбирают из потока расплавленного или чешуированного (гранулированного) продукта механическим или ручным пробоотборником согласно п. 2.4.

3.1.3. Точечные пробы монолита из выбранных для контроля барабанов отбирают из вскрытого барабана, разбивая блок по вертикальной оси на две примерно равные части, и от одной из них

откалывают кусочки приблизительно равных размеров через каждые 10 см по вертикали по центру и вблизи края.

Допускается отбирать точечные пробы в виде кернов путем бурения блока до центра через каждые 10 см по вертикали из невскрытого барабана, отбрасывая первую порцию бурения. Во избежание попадания металлических частиц пробу разравнивают и удаляют механические примеси магнитом.

Пробу сыпучего продукта из барабана, мешка или контейнера отбирают совком с глубины не менее 20 см от поверхности продукта.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,1 кг.

3.1.4. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, дробят до кусочков размером 3—5 мм, перемешивают и методом квартования отбирают среднюю пробу массой не менее 0,2 кг.

3.1.5. Готовую среднюю пробу сернистого натрия помещают в сухую стеклянную или полиэтиленовую плотно закрывающуюся банку.

На банку с пробой наносят следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя;

наименование продукта;

номер партии;

дату отбора пробы;

фамилию пробоотборщика.

3.2. Общие требования

3.2.1. Числовые значения результата анализа каждого показателя округляют до последнего знака, указанного для данного показателя в таблице технических требований.

3.2.2. При проведении испытаний и для приготовления растворов используют реактивы квалификации химически чистый и чистый для анализа.

Допускается применение импортных реактивов по качеству не ниже отечественных.

3.2.3. При проведении испытаний следует соблюдать требования ГОСТ 27025.

3.3. Определение внешнего вида

Внешний вид сернистого натрия определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли сернистого натрия

Метод основан на окислении сернистого, сернистокислого и серноватистокислого натрия избытком раствора йода в кислой среде. Избыток йода определяют титрованием стандартным раствором серноватистокислого натрия в присутствии индикатора крахмала.

Содержание сернистокислого и серноватистокислого натрия находят путем йодометрического титрования фильтрата после осаждения сернистого натрия раствором соли цинка. Содержание сернистого натрия находят по разности результатов первого и второго титрований.

3.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328.

Воронки, колбы конические, стаканы по ГОСТ 25336.

Бюретки, пипетки по ГОСТ 29251, ГОСТ 29227.

Колбы мерные, мензурки, цилиндры по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Йод по ГОСТ 4159, растворы концентраций c ($^1/_2J_2$) = 0,1 и c ($^1/_2J_2$) = 0,01 моль/дм^3. Раствор концентрации 0,1 моль/дм^3, готовят и устанавливают коэффициент поправки по ГОСТ 25794.2, используя в качестве установочного вещества раствор серноватистокислого натрия. Раствор концентрации 0,01 моль/дм^3 готовят разбавлением раствора концентрации 0,1 моль/дм^3 в соотношении 1 : 9; применяют свежеприготовленным.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3; готовят и устанавливают коэффициент поправки по ГОСТ 25794.2.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с массовой долей 10 %.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

3.4.2. *Подготовка к проведению анализа*

(5,0000 ± 0,5000) г сернистого натрия взвешивают в закрытой бюксе, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в горячей воде, раствор охлаждают, доводят его объем водой до метки и перемешивают — раствор А.

3.4.3. *Проведение анализа*

В коническую колбу вместимостью 500 см³ наливают 200—250 см³ воды, 20 см³ раствора уксусной кислоты, добавляют пипеткой 50 см³ раствора йода концентрации 0,1 моль/дм³ и медленно, перемешивая, приливают пипеткой 20 см³ раствора А.

Избыток йода титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски раствора, прибавляют 2 см³ крахмала и продолжают титрование до перехода голубой окраски в бесцветную (первое титрование).

50 см³ раствора А наливают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 25 см³ раствора уксуснокислого цинка, 5 см³ глицерина, доводят объем раствора водой до метки. Содержимое колбы перемешивают, дают жидкости отстояться, после чего ее фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата (около 20 см³). 50 см³ фильтрата помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³ и титруют раствором йода концентрации 0,01 моль/дм³ в присутствии 2 см³ раствора крахмала до появления синей окраски (второе титрование).

3.4.4. *Обработка результатов*

Массовую долю сернистого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \left(\frac{V - V_1}{20} - \frac{V_2 \cdot 100}{10 \cdot 50 \cdot 50} \right) \cdot \frac{0{,}003903 \cdot 500 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора йода концентрации точно 0,1 моль/дм³, взятый для первого титрования, см³;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на первое титрование, см³;

V_2 — объем раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на второе титрование, см³;

0,003903 — масса сернистого натрия, соответствующая 1 см³ раствора йода концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

Результат вычисления записывают до первого десятичного знака, применяя правила округления.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,6 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Абсолютная суммарная погрешность определения ±0,6 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.4.5. Допускается определение массовой доли сернистого натрия феррицианидным методом (приложение 2, п. 1).

При разногласиях в оценке качества определение проводят, как указано в пп. 3.4.1—3.4.4.

3.5. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

Метод основан на определении массы нерастворимого остатка после растворения навески продукта в горячей воде, отделения фильтрованием нерастворимого остатка и высушивания его до постоянной массы.

3.5.1 *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные 2-го и 4-го классов точности по ГОСТ 24104 с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г соответственно.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева 105—110 °С.

Колба для фильтрования под разрежением, стаканы, эксикатор по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ-ПОР-10 или ТФ-ПОР-16 по ГОСТ 25336.

Бумага, пропитанная раствором ацетата свинца; готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.5.2. *Проведение анализа*

(10,00 ± 1,00) г сернистого натрия взвешивают и растворяют в 100 см³ воды. Раствор нагревают

до 70 °С и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный и взвешенный с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают горячей водой до полного удаления сернистого натрия (отрицательная реакция с бумагой, пропитанной раствором ацетата свинца) и высушивают при температуре 105—110 °С до постоянной массы.

3.5.3. *Обработка результатов*

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

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса тигля с остатком, г;

m_1 — масса тигля, г;

m — масса навески сернистого натрия, г.

Результат вычисления записывают до второго десятичного знака, применяя правила округления.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,03 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Абсолютная суммарная погрешность определения ± 0,04 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.6. Определение массовой доли железа

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения железа (II) с 2,2′-дипиридилом или *о*-фенантролином после разложения навески продукта при кипячении с соляной кислотой.

3.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328.

Фотоэлектроколориметр по ТУ 3-3.1766, ТУ 3-3.1860, ТУ 3-3.2164 или другой, имеющий светофильтр с областью пропускания (490 ± 10) нм и кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Бюретка, пипетки по ГОСТ 29251, ГОСТ 29227.

Воронки, колбы конические, стаканы по ГОСТ 25336.

Колбы мерные, мензурки, цилиндры по ГОСТ 1770.

Бумага «конго» индикаторная; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор, разбавленный 1 : 1.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

2,2′ -Дипиридил, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят следующим образом: 0,5 г препарата растворяют в 100 см³ горячей воды с добавлением 0,5 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³. Раствор хранят в склянке из оранжевого стекла.

Квасцы железоаммонийные, раствор, содержащий 1 мг железа (Fe^{3+}) в 1 см³ раствора; готовят по ГОСТ 4212. 5 см³ приготовленного раствора подкисляют 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, разбавляют водой до 500 см³. 1 см³ полученного раствора содержит 0,01 мг железа (раствор А). Раствор А годен только в день его приготовления.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор, разбавленный 1 : 1, раствор с массовой долей 4 %; растворы концентраций c (HCl) = 1,0 и c (HCl) = 0,1 моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 20 %.

о-Фенантролин, моногидрат, раствор с массовой долей около 0,2 %. Готовят следующим образом: 0,5 г препарата растворяют в 250 см³ горячей воды. Раствор хранят в склянке из оранжевого стекла.

3.6.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы: в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают из бюретки соответственно 1, 2, 4, 6, 8, 10 см³ раствора А, что соответствует 0,01, 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,10 мг железа. Объемы растворов доводят водой приблизительно до 50 см³.

В каждую колбу последовательно приливают: 6 см³ раствора солянокислого гидроксиламина,

6 см³ раствора уксуснокислого натрия, 6 см³ раствора 2,2′-дипиридила или *о*-фенантролина, доводят объем раствора водой до метки. После добавления каждого реактива содержимое колб перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, в который приливают те же реактивы, кроме раствора А.

Через 15 мин измеряют на фотоэлектроколориметре оптическую плотность растворов по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь зеленым светофильтром при длине волны (490 ± 10) нм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в градуировочных растворах массы железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Каждая точка градуировочного графика должна представлять собой среднее арифметическое результатов не менее чем трех параллельных определений.

3.6.3. *Проведение анализа*

(0,500 ± 0,050) г сернистого натрия взвешивают в закрытой бюксе, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 30 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 4 % и кипятят до полного удаления сероводорода и просветления раствора, прибавляя по мере выкипания воду.

После охлаждения содержимое колбы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой бумажный фильтр «белая лента» в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

20 см³ фильтрата помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, избыток кислоты нейтрализуют раствором аммиака по бумаге «конго» (кусочек которой опускают в раствор) до изменения цвета бумаги в фиолетовый, и прибавляют 5—6 капель раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Объем раствора в колбе доводят водой приблизительно до 50 см³ и последовательно приливают 6 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 6 см³ раствора уксуснокислого натрия, 6 см³ раствора 2,2′-дипиридила или *о*-фенантролина, и доводят объем раствора водой до метки. После прибавления каждого реактива содержимое колб перемешивают. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт, приливая все те же реактивы, кроме анализируемого раствора. Через 15 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к аликвотной части раствора контрольного опыта, как указано в п. 3.6.2.

По полученному значению оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу железа в анализируемой пробе в миллиграммах.

3.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 20},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

Результат вычисления записывают до третьего десятичного знака, применяя правила округления.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,005 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Абсолютная суммарная погрешность определения ± 0,005 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.6.5. Допускается определение массовой доли железа фотоколориметрическим методом с использованием реакции взаимодействия железа с сульфидом натрия (приложение 2, п. 2).

При разногласиях в оценке качества определение проводят, как указано в пп. 3.6.1—3.6.4.

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Сернистый натрий транспортируют всеми видами транспорта (кроме авиации) в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующих видах транспорта. Железнодорожным транспортом продукт транспортируют повагонными и мелкими отправками (кроме мешков).

Специализированные контейнеры транспортируют открытым подвижным составом. Контейнеры размещают и крепят в соответствии с условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения.

Перевозка грузов в мягких специализированных контейнерах должна осуществляться без перегрузок в пути следования с погрузкой и выгрузкой их на подъездных путях грузоотправителей (грузополучателей).

Упакованный в мешки продукт транспортируют пакетами в соответствии с правилами перевозки грузов, утвержденными соответствующими ведомствами, и ГОСТ 26663. Средства скрепления пакетов — по ГОСТ 21650. Масса и габаритные размеры пакетов — по ГОСТ 24597. Несущие средства пакетирования — плоские поддоны по ГОСТ 9078, ГОСТ 9557 и ГОСТ 26381.

4.2. Сернистый натрий хранят в закрытых складских помещениях в упаковке изготовителя или плотно закрытых приемных емкостях.

Контейнеры хранят на контейнерных площадках.

4.3 Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение сернистого натрия, отправляемого в районы Крайнего Севера и труднодоступные районы, — по ГОСТ 15846.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие сернистого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения продукта — один год со дня изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ СЕРНИСТОГО НАТРИЯ

Обозначение марки	Область применения
А	Производство красителей, выработка светлых кож, экспорт
Б	Кожевенная и текстильная промышленность
В	Цветная металлургия

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ СЕРНИСТОГО НАТРИЯ И ЖЕЛЕЗА

1. Определение массовой доли сернистого натрия

Метод основан на окислении сернистого натрия раствором железосинеродистого калия в сильно щелочной среде.

1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328.

Бюретки, пипетки по ГОСТ 29251, ГОСТ 29227.

Колбы конические по ГОСТ 25336.

Колбы мерные, мензурки, цилиндры по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, раствор концентрации c ($K_3[Fe(CN)_6]$) = 0,1 моль/дм^3; готовят и устанавливают коэффициент поправки по ГОСТ 25794.2.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 1,0 моль/дм^3; готовят и устанавливают коэффициент поправки по ГОСТ 25794.1.

Натрия нитропруссид, раствор с массовой долей 4 %.

1.2. Проведение анализа

(5,000 ± 0,500) г сернистого натрия взвешивают в закрытой бюксе, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в горячей воде, раствор охлаждают, доводят его объем водой до метки и перемешивают.

Предварительно проводят ориентировочное титрование: в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 40 см^3 воды, 10 см^3 раствора гидроокиси натрия и пипеткой приливают 10 см^3 испытуемого раствора. Приливают из бюретки 16—17 см^3 раствора железосинеродистого калия, затем добавляют 0,5 см^3 раствора нитропруссида натрия и продолжают титрование железосинеродистым калием до исчезновения розово-фиолетового окрашивания раствора.

Затем проводят точное титрование. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 40 см^3 воды, 10 см^3 раствора гидроокиси натрия, 10 см^3 испытуемого раствора и приливают из бюретки тот объем железосинеродистого калия, который пошел на ориентировочное титрование, добавляют 0,5 см^3 раствора нитропруссида натрия и продолжают титрование до исчезновения розово-фиолетовой окраски.

1.3. Обработка результатов

Массовую долю сернистого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}003903 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

где V — объем раствора железосинеродистого калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование исследуемого раствора, см^3;

0,003903 — масса сернистого натрия, соответствующая 1 см^3 раствора железосинеродистого калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески, г.

Результат вычисления записывают до первого десятичного знака, применяя правила округления.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Абсолютная суммарная погрешность определения ±0,8 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2. Определение массовой доли железа

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения железа (II) с сульфид-ионом после растворения навески продукта в воде комнатной температуры.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328.

Фотоэлектроколориметр по ТУ 3-3.1766, ТУ 3-3.1860, ТУ 3-3.2164 или другой, имеющий светофильтр с областью пропускания 597—630 нм и кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Бюретка по ГОСТ 29251.

Воронки, колбы конические, стаканы по ГОСТ 25336.

Колбы мерные, мензурки, цилиндры по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Квасцы железоаммонийные, раствор, содержащий 1 мг железа (Fe^{3+}) в 1 см^3 раствора; готовят по ГОСТ 4212. 10 см^3 приготовленного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, добавляют 20 см^3 раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 1 см^3 полученного раствора содержит 0,05 мг железа (раствор А). Раствор А пригоден только в день его приготовления.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрий сернистый (натрия сульфид) по ГОСТ 2053, свежеприготовленный раствор с массовой долей 2 %.

2.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают из бюретки соответственно 1,0; 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 7,0 и 8,0 см^3 раствора А, что соответствует 0,05, 0,10, 0,15, 0,20, 0,25, 0,30, 0,35 и 0,40 мг железа. В каждую колбу приливают по 30 см^3 раствора сернистого натрия с массовой долей 2 %, перемешивают, выдерживают 15 мин и доводят водой до метки.

Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий то же количество сернистого натрия. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и измеряют на фотоэлектроколориметре оптическую плотность по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм, пользуясь красным светофильтром при длине волны 597—630 нм.

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

Каждая точка градуировочного графика должна представлять собой среднее арифметическое результатов не менее чем трех параллельных определений.

2.3. Проведение анализа

(0,500 ± 0,100) г сернистого натрия взвешивают в закрытой бюксе, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, смывая приблизительно 60 см^3 воды комнатной температуры, растворяют при перемешивании, выдерживают в течение 15 мин и доводят объем раствора водой до метки. Раствор отфильтровывают через сухой фильтр «белая лента» в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Оптическую плотность раствора измеряют по отношению к воде так же, как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу железа в анализируемой пробе в миллиграммах.

2.4. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 100},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

Результат вычисления записывают до третьего десятичного знака, применяя правила округления.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,006 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Абсолютная суммарная погрешность определения ± 0,008 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.09.89 № 2928**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 596—78**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 12.1.005—88	1.3.2,1.3.3,1.3.5	ГОСТ 7328—2001	3.4.1,3.5.1,3.6.1,приложение 2
ГОСТ 12.1.016—79	1.3.6	ГОСТ 9078—84	4.1
ГОСТ 12.3.009—76	1.3.8	ГОСТ 9557—87	4.1
ГОСТ 12.4.013—85	1.3.4	ГОСТ 10163—76	3.4.1
ГОСТ 12.4.021—75	1.3.5	ГОСТ 14192—96	1.5.1
ГОСТ 12.4.034—2001	1.3.4	ГОСТ 15846—79	4.1
ГОСТ 12.4.103—83	1.3.4	ГОСТ 17811—78	1.6.1
ГОСТ 61—75	3.4.1	ГОСТ 19433—88	1.5.1,2.1
ГОСТ 199—78	3.6.1	ГОСТ 19668—74	1.6.1
ГОСТ 1770—74	3.4.1,3.6.1,приложение 2	ГОСТ 20010—93	1.3.4
ГОСТ 2053—77	Приложение 2	ГОСТ 21650—76	4.1
ГОСТ 2226—88	1.6.1	ГОСТ 24104—88	3.4.1,3.5.1,3.6.1,приложение 2
ГОСТ 3118—77	3.6.1	ГОСТ 24597—81	4.1
ГОСТ 3760—79	3.6.1	ГОСТ 25336—82	3.4.1,3.5.1,3.6.1,приложение 2
ГОСТ 4159—79	3.4.1	ГОСТ 25794.1—83	3.6.1,приложение 2
ГОСТ 4204—77	Приложение 2	ГОСТ 25794.2—83	3.4.1,приложение 2
ГОСТ 4206—75	Приложение 2	ГОСТ 26319—84	1.6.2
ГОСТ 4212—76	3.6.1,приложение 2	ГОСТ 26381—84	4.1
ГОСТ 4328—77	Приложение 2	ГОСТ 26663—85	4.1
ГОСТ 4517—87	3.4.1,3.5.1,3.6.1	ГОСТ 27025—86	3.2.3
ГОСТ 4919.1—77	3.4.1,3.6.1	ГОСТ 27068—86	3.4.1
ГОСТ 5044—79	1.6.1	ГОСТ 29227—91	3.4.1,3.6.1,приложение 2
ГОСТ 5456—79	3.6.1	ГОСТ 29251—91	3.4.1,3.6.1,приложение 2
ГОСТ 5823—78	3.4.1	ТУ 3-3.1766—82	3.6.1,приложение 2
ГОСТ 6259—75	3.4.1	ТУ 3-3.1860—85	3.6.1,приложение 2
ГОСТ 6709—72	3.4.1,3.5.1,3.6.1,приложение 2	ТУ 3-3.2164—89	3.6.1,приложение 2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2002 г.**

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 04.07.2002. Подписано в печать 30.07.2002. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,20. Тираж 63 экз. С 6809. Зак. 234.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http:// www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru