ГОСТ 4207—75

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ ЖЕЛЕЗИСТОСИНЕРОДИСТЫЙ 3-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.722'32'267—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КАЛИЙ ЖЕЛЕЗИСТОСИНЕРОДИСТЫЙ 3-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4207—75

Reagents. Potassium ferrocyanide. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 2113 0320 01

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на 3-водный железистосинеродистый калий (калий гексацианоферрат (II), представляющий собой кристаллы лимонно-желтого цвета; растворим в воде.

Формула $K_4[Fe(CN)_6]\cdot 3H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 422,41.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 3-водный железистосинеродистый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. По химическим показателям 3-водный железистосинеродистый калий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый х.ч. ОКП 26 2113 0323 09	Чистый для анализа ч.д.а. ОКП 26 2113 0322 10	Чистый ч. ОКП 26 2113 0321 00
1. Массовая доля 3-водного железистосинеродистого калия $K_4/Fe(CN)_6/\cdot 3H_2O$, %, не менее	99	99	98
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005	0,01
3. Массовая доля карбонатов (CO_3), %, не более	0,0015	0,010	0,020
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,005	0,02
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,005	0,010	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2а. **Требования безопасности**

2а.1. 3-водный железистосинеродистый калий не ядовит, но в присутствии свободных кислот или кислых солей, в особенности при нагревании до 40—50 °С, разлагается с выделением синильной кислоты — сильного яда. При попадании в организм человека, под действием кислоты желудочного сока, образуется синильная кислота, вызывающая отравление.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1975
© Стандартинформ, 2007

Раствор 3-водного железистосинеродистого калия обладает раздражающим действием на кожу. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны — 4 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005, класс опасности III (умеренно опасные вещества — по ГОСТ 12.1.007).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2а.2. При работе с препаратом необходимо применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории. В местах наибольшего пыления продукта должны быть предусмотрены местные отсосы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения ВЛР-200 г и ВЛКТ-500г-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.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 260 г.

3.1а; 3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.2. Определение массовой доли 3-водного железистосинеродистого калия

3.2.1 *Аппаратура, реактивы и растворы:*

бюретка 1 (2)—2—50—0,1 по НТД;

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336;

колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770;

термометр со шкалой до 100 °С;

чашка выпарительная 5 по ГОСТ 9147;

цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

дифениламин, раствор с массовой долей 1 % в концентрированной серной кислоте, готовят по ГОСТ 4919.1;

кислота серная по ГОСТ 4204; раствор с массовой долей 20 % и концентрированная;

калий железистосинеродистый по ГОСТ 4206, раствор с массовой долей 1 %;

раствор сернокислого цинка концентрации точно 0,075 моль/дм^3; готовят следующим образом: 4,9035 г цинка, поверхность которого непосредственно перед приготовлением раствора очищена стальным ножом от пленки оксида, измельчают в стружку, сразу же взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в выпарительную чашку, растворяют при нагревании на водяной бане в 200 см^3 раствора серной кислоты и охлаждают. Содержимое чашки количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают;

цинк по ГОСТ 3640 марки ЦВ или ЦО.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,4000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см^3 кипящей воды, прибавляют 15 см^3 раствора серной кислоты, 2 капли раствора железистосинеродистого калия, 2 капли раствора дифениламина (температура раствора не должна быть ниже 50 °С) и медленно титруют из бюретки раствором сернокислого цинка до появления серовато-фиолетовой окраски, жидкость над осадком должна быть фиолетового цвета.

За 0,5 см³ до предполагаемой точки эквивалентности скорость титрования не должна быть более 1 капли в 1 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 3-водного железистосинеродистого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}02112 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора сернокислого цинка концентрации точно 0,075 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,02112 — масса 3-водного железистосинеродистого калия, соответствующая 1 см³ точно 0,075 М раствора сернокислого цинка, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 %.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Растворы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336;

стакан В (Н)-1— 400 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1 (3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 200 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 150 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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

для препарата «химически чистый» — 1,5 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 2,5 мг,

для препарата «чистый» — 5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 40 % для препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» и ± 20 % для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.4. Определение массовой доли карбонатов

3.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетка 4 (5)—2—1 (2) по НТД;

цилиндр 1 (3)—50 (100) или мензурка 50 (100) по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,02 моль/дм³ (0,02 н.); готовят по ГОСТ 25794.1;

фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1;

спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

3.4.2. *Проведение анализа*

12,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 3 капли раствора фенолфталеина и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая розовая окраска анализируемого раствора исчезнет от прибавления раствора соляной кислоты:

для препарата «химически чистый» — 0,15 см³,
для препарата «чистый для анализа» — 1,0 см³,
для препарата «чистый» — 2,0 см³.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 46 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через трижды промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента» и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 3) в объеме 50 см³.

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

для препарата «химически чистый» — 0,05 мг SO_4,
для препарата «чистый для анализа» — 0,05 мг SO_4,
для препарата «чистый» — 0,20 мг SO_4,

10 см³ раствора препарата, не содержащего сульфатов (соответствуют 1 г препарата), 1 см³ раствора соляной кислоты и 3 см³ раствора хлористого бария.

Раствор препарата, не содержащий SO_4, готовят следующим образом: 100,00 г 3-водного железистосинеродистого калия помещают в коническую колбу вместимостью 2000 см³ (с меткой на 1000 см³), растворяют в 400 см³ воды, добавляют 10 см³ раствора хлористого бария с массовой долей 20 %, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор выдерживают в течение 24 ч, затем фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 90 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора 5-водной сернокислой меди (II) с массовой долей 12,5 % (ГОСТ 4165, х. ч.), перемешивают и выдерживают 15 мин. Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, отбрасывая первую порцию фильтрата.

20 см³ фильтрата (соответствуют 0,2 г препарата) переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 2).

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

для препарата «химически чистый» — 0,010 мг Cl,
для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг Cl,
для препарата «чистый» — 0,040 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массу хлоридов в растворе 5-водной сернокислой меди (II).

3.4.1—3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4.

Группа фасовки: IV, V, VI не более 3 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. Препарат перевозят 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.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 3-водного железистосинеродистого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5.1; 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11.02.75 № 391**

3. **В стандарт введен МС ИСО 6353-3—87 (Р.80) в части квалификации ч.д.а.**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 4207—65**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2а.1
ГОСТ 12.1.007—76	2а.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1
ГОСТ 3118—77	3.4.1
ГОСТ 3640—94	3.2.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4165—78	3.6
ГОСТ 4204—77	3.2.1
ГОСТ 4206—75	3.2.1
ГОСТ 4517—87	3.4.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1, 3.4.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3.1
ГОСТ 9147—80	3.2.1
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.7—74	3.6
ГОСТ 18300—87	3.4.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1
ГОСТ 25794.1—83	3.4.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

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

7. **ИЗДАНИЕ (январь 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1976 г., июне 1985 г., июне 1990 г. (ИУС 2—76, 9—85, 9—90)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 26.01.2007. Формат 60×84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93.
Уч.-изд.л. 0,63. Тираж 50 экз. Зак. 75. С 3640.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062, Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru