МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ ДВУХРОМОВОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.32'766—384—41:006.354 Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КАЛИЙ ДВУХРОМОВОКИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4220—75

Reagents. Potassium bichromate. Specifications

ОКП 26 2113 0280 03

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на двухромовокислый калий, представляющий собой оранжевые кристаллы, растворимые в воде.

Формула $K_2Cr_2O_7$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 294,19.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По химическим показателям двухромовокислый калий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2113 028300	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 028201	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 028102
1. Массовая доля двухромовокислого калия ($K_2Cr_2O_7$), %, не менее	99,9	99,9	99,8
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,001	0,002	0,003
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,005	0,010
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01	0,01	0,02
5. Массовая доля осаждаемых аммиаком веществ (Al, Fe, Cr и другие), %, не более	0,002	0,005	0,010
6. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002	0,005	0,010
7. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,02	0,05	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 2001

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю сульфатов и осаждаемых аммиаком веществ изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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.

3.1а, 3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы не должна быть менее 410 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Определение массовой доли двухромовокислого калия

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³;

колба Кн-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетка градуированная вместимостью 10 см³;

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

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

калий йодистый по ГОСТ 4232 или раствор с массовой долей 20 %, свежеприготовленный;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,1500 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 25 см³ раствора серной кислоты, 2 г йодистого калия (или 10 см³ свежеприготовленного раствора йодистого калия), перемешивают и выделившийся йод титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую, затем прибавляют раствор крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании раствора до перехода синей окраски раствора в светло-зеленую.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов и в тех же условиях.

3.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}004903 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,004903 — масса двухромовокислого калия, соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,25 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Аппаратура и реактивы:*

колба 2—500—2 по ГОСТ 1770;

стакан Н-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336;

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

цилиндр 1—1000 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2. *Проведение анализа*

100,00 г препарата квалификации «химически чистый» или 50,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» помещают в стакан и растворяют при нагревании в 900 см³ воды для препарата квалификации «химически чистый» и 450 см³ воды для препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый».

Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. 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 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу и при 105—110 °С до постоянной массы.

Фильтрат и первые промывные воды собирают в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и сохраняют раствор для определения массовой доли осаждаемых аммиаком веществ по п. 3.6.

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

для препарата химически чистый — 1 мг,

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 1,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±40 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом (способ 2). Для этого 1,00 г препарата помещают в коническую колбу (с меткой на 40 см³) и растворяют в 30 см³ воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.7, прибавляя 10 см³ раствора азотной кислоты (вместо 2 см³) и нагревая раствор до 50 °С после прибавления раствора азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме: 26 см³ раствора двухромовокислого калия, не содержащего хлоридов:

для препарата химически чистый — 0,020 мг Cl,

для препарата чистый для анализа — 0,050 мг Cl,

для препарата чистый — 0,100 мг Cl.

Двухромовокислый калий, не содержащий Cl, готовят следующим образом: 10 г препарата растворяют в 150 см³ воды, прибавляют 100 см³ раствора азотной кислоты, нагревают до 50 °С, прибавляют 10 см³ раствора азотно-кислого серебра и выдерживают в течение 2—3 суток.

Если имеется двухромовокислый калий, не содержащий хлоридов, то для приготовления каждого раствора сравнения берут 1,00 г этого препарата, 10 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора азотно-кислого серебра, соответствующие объемы воды и раствора, содержащего Cl. Раствор азотно-кислого серебра вносят в анализируемый раствор и раствор сравнения одновременно.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом. Для этого 0,20 г препарата помещают в стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 5 см³ воды. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 см³ (ГОСТ 25336), прибавляют 5 см³ концентрированной соляной

кислоты (ГОСТ 3118), 10 см³ трибутилортофосфата и взбалтывают. После расслаивания смеси водный слой переносят в другую такую же делительную воронку и промывают его 5 см³ эфира для наркоза. После расслаивания водный раствор переносят в выпарительную чашку 1 (ГОСТ 9147), помещают на водяную баню и выпаривают раствор почти досуха (до влажных солей).

Остаток растворяют в 10 см³ воды, переносят количественно в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³), прибавляют 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и нейтрализуют раствором водного аммиака с массовой долей 10 % (готовят по ГОСТ 4517), прибавляемого по каплям до появления желтой окраски раствора. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.5.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата химически чистый — 0,02 мг;

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,04 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6. Определение массовой доли осаждаемых аммиаком веществ

3.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетки градуированные вместимостью 1 см³ и пипетки градуированные вместимостью 10 см³;

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

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770;

аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий углекислоты; готовят по ГОСТ 4517;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

раствор, содержащий Al; готовят по ГОСТ 4212;

калий двухромовокислый по настоящему стандарту; раствор, не содержащий осаждаемых аммиаком веществ, готовят следующим образом: 20 г препарата растворяют в 180 см³ воды, прибавляют 20 см³ раствора аммиака и нагревают до кипения; через 18—20 ч раствор фильтруют через фильтрующий тигель.

3.6.2. *Проведение анализа*

50 см³ раствора, полученного по п. 3.3 (соответствует 5 г препарата), помещают цилиндром в коническую колбу, прибавляют 7 см³ раствора аммиака, нагревают до кипения и выдерживают в течение 30 мин на водяной бане.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 50 см³ раствора препарата, не содержащего осаждаемых аммиаком веществ:

для препарата химически чистый — 0,10 мг Al,

для препарата чистый для анализа — 0,25 мг Al,

для препарата чистый — 0,50 мг Al

и 7 см³ раствора аммиака.

Анализируемый раствор выдерживают в течение 18—20 ч, после чего фильтруют через фильтрующий тигель. Фильтрат применяют для определения массовой доли кальция по п. 3.7.

При наличии двухромовокислого калия, не содержащего осаждаемых аммиаком веществ, для приготовления раствора сравнения берут 5 г этого препарата, соответствующие объемы воды и раствора, содержащего Al и 7 см³ раствора аммиака.

3.6.1, 3.6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.7. Определение массовой доли кальция

3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

колба Кн-2—100—22 ХС по ГОСТ 25336;

пипетки градуированные вместимостью 1 см³ и пипетки градуированные вместимостью 10 см³;

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

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770;

аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, насыщенный раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

раствор, содержащий Са; готовят по ГОСТ 4212;

калий двухромовокислый по настоящему стандарту, раствор, не содержащий Са, готовят следующим образом: 20 г препарата растворяют в 200 см³ воды, прибавляют 20 см³ водного аммиака и 8 см³ раствора щавелевокислого аммония. Смесь нагревают до кипения и через 18—20 ч фильтруют через фильтрующий тигель.

3.7.2. *Проведение анализа*

К фильтрату, полученному по п. 3.6, прибавляют 2 см³ раствора щавелевокислого аммония, 2 см³ водного аммиака и нагревают до кипения.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 1 ч опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 55 см³ раствора двухромовокислого калия, не содержащего Са:

для препарата химически чистый — 0,10 мг Са,

для препарата чистый для анализа — 0,25 мг Са,

для препарата чистый — 0,50 мг Са

и 2 см³ водного аммиака.

При наличии двухромовокислого калия, не содержащего Са, для приготовления каждого раствора сравнения берут 5 г этого препарата, соответствующие объемы воды и раствора, содержащего кальций, 2 см³ раствора щавелевокислого аммония и 2 см³ водного аммиака.

3.7.1, 3.7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8. Определение массовой доли натрия

3.8.1. *Приборы, оборудование, посуда, реактивы и растворы:*

фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1;

умножители фотоэлектрические, типа ФЭУ-17, ФЭУ-38, ФЭУ-51;

баллон с ацетиленом;

компрессор или баллон со сжатым воздухом;

приспособление для ацетиленово-воздушного пламени (распылитель-горелка);

колба 2—50—2 по ГОСТ 1770;

пипетка градуированная вместимостью 10 см³;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709; вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная;

раствор, содержащий натрий; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,1 мг/см³ натрия (раствор А);

калий двухромовокислый по настоящему стандарту, х. ч. раствор с массовой долей 5 % с установленным содержанием натрия (раствор Б).

Все исходные растворы и растворы сравнения следует хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

3.8.2. *Приготовление анализируемых растворов*

0,50 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.3. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения в шесть мерных колб вводят по 10 см³ воды, 10 см³ раствора Б и объемы раствора А, указанные в табл. 2.

Растворы перемешивают, доводят объемы водой до метки и снова перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см³	Масса натрия в 50 см³ раствора сравнения, мг	Массовая доля натрия в препарате, %
1	—	—	—
2	0,5	0,05	0,01
3	1	0,1	0,02
4	2	0,2	0,04
5	4	0,4	0,08
6	5	0,5	0,10

3.8.4. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а затем фотометрируют анализируемые растворы и растворы сравнения в порядке возрастания массовой доли натрия. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с высшей концентрации, и вычисляют среднее арифметическое значение показаний для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании воды. После каждого замера распыляют воду.

3.8.5. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения по оси ординат, массовую долю натрия в пересчете на препарат — по оси абсцисс.

Массовую долю натрия находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—6, 2—7, 2—9, 6—1, 11—6.

Продукт, применяемый в качестве технологического сырья, допускается расфасовывать в мешки-вкладыши из тонкой полимерной пленки, вкладываемые в металлические барабаны типов $БТПБ_1$—25 и $БТПБ_1$—50 (ГОСТ 5044) массой до 70 кг.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

На тару наносят классификационный шифр 9153 по ГОСТ 19433.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

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

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

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Двухромовокислый калий ядовит, действует раздражающе и прижигающе на слизистые оболочки и кожу, вызывая изъявления, а также поражает желудочно-кишечный тракт.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

6.3. Предельно допустимая концентрация двухромовокислого калия (в пересчете на CrO_3) в воздухе рабочей зоны 0,01 мг/м^3. Двухромовокислый калий относится к первому классу опасности по ГОСТ 12.1.005.

6.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией; в местах наибольшего пыления следует предусмотреть местные отсосы; анализ препарата следует проводить в лабораториях в вытяжном шкафу.

6.2—6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 14.02.75 № 428**

3. **ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 4220—65**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	6.3
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 3118—77	3.5
ГОСТ 3760—79	3.7.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4204—77	3.2.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1, 3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 4232—74	3.2.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.5, 3.6.1
ГОСТ 4919.1—77	3.5
ГОСТ 5044—79	4.1
ГОСТ 5712—78	3.7.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1, 3.8.1
ГОСТ 9147—80	3.5
ГОСТ 10163—76	3.2.1
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.7—74	3.4
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.5, 3.6.1, 3.7.1
ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27068—86	3.2.1

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

6. **ИЗДАНИЕ (октябрь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1980 г., июне 1990 г. (ИУС 3—80, 9—90)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 11.10.2001. Подписано в печать 26.10.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,85. Тираж 160 экз. С 2418. Зак. 1013.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru