ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ ПИРОСЕРНОКИСЛЫЙ

ГОСТ 7172–76



Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Ленинградским заводом химических реактивов «Красный химик» совместно с ВНИИ химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА)

Гл. инженер завода **Горовой Г. Г.**
Руководитель темы **Желнин Б. И.**
Исполнители: **Безпрозванная Л. Х., Тихомирова Н. П., Голубева В. А.**
Зам. директора ИРЕА **Грязнов Г. В.**
Руководители темы: **Брудзь В. Г., Ротенберг И. Л.**
Исполнители: **Смородинская В. Н., Лесина К. П., Богомолова Е. К., Кидярова Л. В., Федотова Г. И.**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **Ростунов В. Ф.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **Гличев А. В.**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19 января 1976 г. № 134

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. Н. Солдатова*
Корректор *И. Д. Иванова*

Сдано в набор 29.01.76 Подп. в печ. 07.04.76 0,75 п. л. Тир. 8000 Цена 4 коп.

«Ордена Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 256

УДК 546.32'226—324—41(083 74) Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 7172—76

Реактивы

КАЛИЙ ПИРОСЕРНОКИСЛЫЙ

Reagents. Potassium pyrosulphate

Взамен ГОСТ 7172—65

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19 января 1976 г. № 134 срок действия установлен

с 01.01.77

до 01.01. 97 (6/81)

до 01.01.92 ИУС 10-86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на пиросернокислый калий, который представляет собой белые куски или массу; хорошо растворим в воде, гигроскопичен.

Формула $K_2S_2O_7$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 254,29.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По физико-химическим показателям пиросернокислый калий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976

Таблица 1

Наименования показателей	Нормы	
	Чистый для анализа (ч.д.а)	Чистый (ч.)
1. Пиросернокислый калий ($K_2S_2O_7$), %, не менее	99	97
2. Нерастворимые в воде вещества и кремнекислота, %, не более	0,002	0,005
3. Фосфаты (PO_4), %, не более	0,0005	0,0010
4. Хлориды (Cl), %, не более	0,0005	0,0010
5. Железо (Fe), %, не более	0,0002	0,0005
6. Алюминий (Al), %, не более	0,001	0,004
7. Магний (Mg), %, не более	0,0004	0,0010
8. Свинец (Pb), %, не более	0,0002	0,0005
9. Азот (N) — общее содержание, %, не более	0,004	0,010
10. Мышьяк (As), %, не более	0,0001	0,0003
11. Кальций (Ca), %, не более	0,0025	0,0050

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 350 г.

3.2. Определение содержания пиросернокислого калия

3.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 0,5 н. раствор;

метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853—51, 0,1 %-ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919—68.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 10 г растертого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в воде при слабом нагревании, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

50 мл полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 100 мл воды, смыв водой стенки колбы, перемешивают, прибавляют 0,2 мл раствора метилового

красного и титруют раствором едкого натра до перехода красной окраски раствора в желтую.

3.2.3. *Обработка результатов*

Содержание пиросернокислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}06357 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50},$$

где:

V — объем точно 0,5 н. раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;

m — масса навески препарата, г;

0,06357 — количество пиросернокислого калия, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора едкого натра, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,35 %.

3.3. Определение содержания нерастворимых в воде веществ и кремнекислоты

3.3.1. *Применяемые реактивы и посуда:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или типа ТФ ПОР16.

3.3.2. *Проведение анализа*

50 г растертого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 300—400 мл и растворяют при нагревании в 200 мл воды. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 250 мл 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 чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

3.4. Определение содержания фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74 фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 3 г растертого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл (с меткой на 15 мл), растворяют при слабом нагревании в 12 мл воды.

Раствор охлаждают, прибавляют 1—2 капли 0,2 %-ного раствора *п*-нитрофенола, нейтрализуют раствором аммиака. Объем

раствора доводят водой до метки и далее определение проводят по ГОСТ 10671.6—74.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание фосфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,

для препарата чистый — 0,030 мг.

3.5. Определение содержания хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 2 г растертого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 100 мл, растворяют при нагревании в 40 мл воды, охлаждают и, если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячим 1 %-ным раствором азотной кислоты. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

3.6. Определение содержания железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 5 г растертого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 100 мл (с меткой на 50 мл), растворяют при нагревании в 20 мл воды, охлаждают и далее определение проводят по ГОСТ 10555—75, прибавляя 10 мл раствора аммиака (вместо 5 мл).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

3.7. Определение содержания свинца, магния и алюминия

3.7.1. *Применяемые приборы, реактивы и растворы:*

спектрограф типа ИСП-30 или СТЭ-1 с трехлинзовой системой освещения щели трехступенчатым ослабителем;

выпрямитель кремневый типа ВАЗ 230×70;

генератор дуги переменного тока типа ДГ-2;

микрофотометр типа МФ-2;

спектропроектор типа СП-18;

электроды угольные из спектрально-чистых углей марки ос. ч. 7—3, диаметром 6 мм, верхний электрод заточен на конус под углом 30°, нижний электрод (анод) имеет цилиндрический канал диаметром 4,5 мм и глубиной 6 мм;

фотопластинки спектральные, типа ЭС или СП-2, светочувствительностью 15 ед.;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

вода питьевая по ГОСТ 2874—73;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74;

метол (пара— метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71;

натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 429—66;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63 или

натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—66;

проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в питьевой воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б — 16 г безводного углекислого натрия (или 40 г кристаллического углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в питьевой воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в питьевой воде, доводят объем раствора водой до 2 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

графитовый порошок ос. ч. 7—4;

калий пиросернокислый по настоящему стандарту (основа); не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальным содержанием их, определяемых методом добавок в условиях данной методики, в последнем случае градуировочные графики соответственно корректируют;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная;

раствор, содержащий Pb, Al, Mg; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят растворы, содержащие в 1 мл 0,05 мг Al, 0,02 мг Mg, 0,01 мг Pb (раствор А) и 0,2 мг Al, 0,05 мг Mg и 0,025 мг Pb (раствор Б).

3.7.2. *Подготовка анализируемой пробы*

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 50 мл, растворяют в 12 мл дистиллированной воды при осторожном нагревании и тщательном перемешивании.

0,12 мл полученного раствора переносят микропипеткой в кварцевую чашку вместимостью 1—3 мл, содержащую 0,05 г графито-

вого порошка. Чашку помещают под инфракрасную лампу и подсушивают при 60—70°С в течение 1 ч. Содержимое чашки переносят на кальку, тщательно перемешивают и помещают в канал графитового электрода.

Допускается накапывать 0,12 мл полученного раствора в графитовый порошок, помещенный в графитовый электрод.

3.7.3. *Приготовление образцов для построения градуировочного графика*

Для приготовления каждого образца 5 г пиросернокислого калия, применяемого в качестве основы, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 50 мл, растворяют в дистиллированной воде (в количестве, указанном в табл. 2) при осторожном нагревании, охлаждают, прибавляют количества растворов А и Б, указанные в табл. 2, и далее проводят ту же операцию, что и при подготовке анализируемой пробы к анализу.

Таблица 2

Номера образцов	Количество раствора, мл		Количество дистиллированной воды, мл	Содержание примеси в образце, мг			Содержание примеси в препарате, %		
	А	Б		Al	Mg	Pb	Al	Mg	Pb
1.	1		11	0,05	0,02	0,01	0,001	0,0004	0,0002
2.	1		11	0,2	0,05	0,025	0,004	0,001	0,0005
3.	2		10	0,4	0,1	0,05	0,008	0,002	0,001

3.7.4. *Рекомендуемые условия анализа при съемке на приборе типа ИСП-30*

Сила тока, А	15
Напряжение, В	220
Ширина щели спектрографа, мм	0,015
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5
Экспозиция, с	60.

Рекомендуемые условия анализа при съемке спектрограмм на приборе типа СТЭ-1

Сила тока, А	15
Напряжение, В	220
Ширина щели спектрографа, мм	0,02
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5
Экспозиция, с	60
Бленда на выходной щели прибора вырезает область спектра, нм	252—337.

3.7.5. *Проведение анализа*

Анализ проводят в дуге постоянного тока, используя электроды с препаратом в качестве анода.

Снимают спектрограмму без предварительного обжига электродов.

Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной пластинке не менее трех раз. Каждый раз ставят новую пару электродов.

3.7.6. *Обработка спектрограмм и результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Сухую фотопластинку рассматривают под спектропроектором. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и линий соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой:

Определяемые элементы и его аналитические линии, нм:

Al — 308,21

Mg — 285,21

Pb — 283,31.

Для каждой аналитической линии вычисляют разность почернений ΔS:

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где:

$S_{л+ф}$ — почернение линии + фона;

$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение ($\Delta S'$).

По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочных графиков для каждого определяемого элемента строят градуировочный график в координатах $\Delta S'$, $\lg C$; C — содержание определяемой примеси в образце.

Содержание каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание каждой примеси не будет превышать допускаемой нормы.

Допускается проводить обработку результатов «под норму». При этом препарат соответствует требованиям настоящего стандарта, если разность почернений линий примесей и фона возле них не будет превышать разности почернений соответствующих линий и фона в образце для построения градуировочных графиков 1 для препарата квалификации ч. д. а. или в образце для построения градуировочных графиков 2 для препарата квалификации ч.

Коэффициент вариации, %, для: алюминия — 15,

свинца — 25,

магния — 20.

3.8. Определение общего содержания азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74 фотометрическим или визуально-колориметрическим методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 0,5 г растертого препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 мл и растворяют при слабом нагревании в 45 мл воды. Раствор охлаждают и далее определение проводят по ГОСТ 10671.4—74, прибавляя 6 мл раствора едкого натра (вместо 5 мл). При визуально-колориметрическом определении реакцию восстановления проводят в объеме 50 мл.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание азота не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

3.9. Определение содержания мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75 арсиновым методом (способ 2). При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют при слабом нагревании в 30 мл воды, охлаждают и далее определение проводят по ГОСТ 10485—75.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумажки от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумажки от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг As,

для препарата чистый — 0,003 мг As,

20 мл раствора серной кислоты, 0,5 мл раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

3.10. Определение содержания кальция

3.10.1. *Применяемые приборы, реактивы и растворы:*

монохроматор УМ-2, ЗМР-3 или любого другого типа;

выпрямитель стабилизированный типа ВС-22;

фотоумножитель типа ФЭУ-18, ФЭУ-51;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75;

воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72; вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная;

калий пиросернокислый по настоящему стандарту, не содержащий Са, или с установленным содержанием Са, 8 %-ный раствор (раствор А);

Раствор, содержащий Са; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,1 мг/мл Са — раствор Б.

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, следует хранить в кварцевой или полиэтиленовой посуде. При работе с ацетиленом следует строго руководствоваться инструкцией по технике безопасности.

3.10.2. *Приготовление анализируемых растворов*

2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл воды, при необходимости подогревают. Раствор охлаждают, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают.

3.10.3. *Приготовление растворов сравнения*

В три мерных колбы вместимостью 100 мл каждая помещают по 25 мл раствора А, вводят количества раствора Б, указанные в табл. 3. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номера растворов сравнения	Количество раствора Б, мл	Введено в растворы сравнения в виде добавок, мг·100 мл	Содержание в препарате, %
		Ca	Ca
1	0	—	—
2	0,7	0,07	0,0035
3	1,5	0,15	0,0075

3.10.4. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Ca — 422,7 нм, возникающих в спектре ацетилено-воздушного пламени при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации, проводят попеременно фотометрирование двух растворов сравнения (один с меньшим, другой с большим содержанием Ca, чем в анализируемом растворе) и анализируемого раствора. Три раза фотометрируют и берут среднее арифметическое значение показателей регистрирующего прибора.

3.10.5. *Обработка результатов*

Содержание Ca (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \left[\frac{(C_2 - C_1) \cdot (A - A_1)}{A_2 - A_1} + C_1 \right] \cdot \frac{100}{1000 \cdot m},$$

где:

A — значение интенсивности излучения для анализируемого раствора;

A_1 и A_2 — значение интенсивности излучения для растворов сравнения;

C_1 и C_2 — содержание Са в растворах сравнения мг/100 мл ($C_2 > C_1$);

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно среднего результата определения вычисляемой концентрации.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п, Б-6.

Группа фасовки: III, IV, V.

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, отапливаемых в зимнее время.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие всего поставляемого продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения препарата, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления. По истечении указанного срока хранения продукт перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Пиросернокислый калий может вызывать раздражение слизистых оболочек органов дыхания и глаз.

6.2. Пиросернокислый калий в своем составе содержит 37,7 % серного ангидрида. Предельно допустимая концентрация серного ангидрида в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 1 мг/м^3.

6.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор типа «лепесток», защитные очки, плотно прилегающие к лицу, резиновые перчатки, защитная спецодежда), а также соблюдать меры личной гигиены.

6.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Испытание препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

gost.e-ecolog.ru