ГОСТ 5644—75

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУЛЬФИТ НАТРИЯ БЕЗВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 6—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.833.52:006.354 Группа Л14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУЛЬФИТ НАТРИЯ БЕЗВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 5644—75

Anhydrous sodium sulphite.
Specifications

МКС 37.040.30
71.060.50
ОКП 21 4210

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на безводный сульфит натрия (сернистокислый натрий), получаемый кристаллизацией из концентрированных сульфитных растворов или путем обезвоживания кристаллического сульфита натрия.

Безводный сульфит натрия предназначается для кожевенной, медицинской, фармацевтической, химической промышленности, кинофотопромышленности, для флотации руд цветных металлов и других отраслей промышленности.

Формула Na_2SO_3.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1983 г.) — 126,037.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Безводный сульфит натрия должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. В зависимости от области применения безводный сульфит натрия должен выпускаться следующих марок:

фотографический;

технический.

1.2. По физико-техническим показателям безводный сульфит натрия должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки и сорта		
	Фотографический		Технический
	Высший сорт ОКП 21 4211 0120	Первый сорт ОКП 21 4211 0130	ОКП 21 4212 0100
1. Внешний вид	Порошок белого цвета		Порошок белого или слегка желтоватого цвета
2. Массовая доля сульфита натрия, (Na_2SO_3), не менее	97,5	94,0	93,0
3. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,01	0,02	0,08
4. Массовая доля щелочи в пересчете на NA_2CO_3, %, не более	0,08	0,4	0,7

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Продолжение

Наименование показателя	Норма для марки и сорта		
	Фотографический		Технический
	Высший сорт ОКП 21 4211 0120	Первый сорт ОКП 21 4211 0130	ОКП 21 4212 0100
5. Массовая доля тиосульфата $(S_2O_3)^{2-}$, %, не более	0,004	0,02	0,02
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,003	0,005	0,005
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,002	Не нормируется
8. Наличие сернистого натрия	Должен выдерживать испытание по п. 3.9		

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Безводный сульфит натрия пожаро- и взрывобезопасен.

1а.2. Безводный сульфит натрия является умеренно токсичным веществом. Предельно допустимая концентрация безводного сульфита натрия в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 10 мг/м^3. Безводный сульфит натрия относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1а.3. Рабочие участки, где проводятся работы с безводным сульфитом натрия, должны быть обеспечены приточно-вытяжной вентиляцией и санитарно-бытовыми помещениями.

1а.4. Работа с безводным сульфитом натрия должна проводиться в специальной одежде в соответствии с правилами, утвержденными в установленном порядке, и по ГОСТ 12.4.016.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Безводный сульфит натрия принимают партиями. Партией считают количество однородного по своим качественным показателям продукта, направляемого в один адрес и сопровождаемого одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

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

обозначение настоящего стандарта.

2.2. Для контроля качества безводного сульфита натрия отбирают от партии 2 % упаковочных единиц, но не менее пяти единиц от партий, не превышающих 100 упаковочных единиц.

При транспортировании безводного сульфита натрия в контейнерах пробы отбирают от каждого пятнадцатого контейнера, но не менее чем от двух, если партия не превышает 30 контейнеров.

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

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Точечные пробы безводного сульфита натрия отбирают при помощи алюминиевого или из нержавеющей стали щупа, погружая его не менее чем на $^3/_4$ глубины мешка (бочки, контейнера)

по вертикальной оси. Масса точечной пробы от каждой упаковочной единицы не должна быть менее 0,2 кг.

Точечные пробы безводного сульфита натрия марки «фотографический», предназначенного для розничной продажи, отбирают по ГОСТ 3885.

Из контейнера пробы отбирают в пяти точках. Масса каждой точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

Для контроля качества продукта, находящегося в движении, точечные пробы отбирают непрерывно или через равные промежутки времени вручную, или механическим пробоотборником.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

3.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют вместе в объединенную пробу, перемешивают и сокращают методом квартования или на делителе до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг, делят ее на две равные части по 0,25 кг — лабораторную и контрольную, помещают в чистые сухие банки с крышкой или двойные полиэтиленовые мешки, которые плотно завязывают.

3.1.3. Пробу маркируют, указывая наименование предприятия-изготовителя, наименование продукта, номер партии, марку, сорт, обозначение настоящего стандарта, дату отбора пробы.

3.1.2; 3.1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.2. Внешний вид продукта определяют визуально

3.3. Определение массовой доли сульфита натрия

Измерение основано на обратном йодометрическом титровании навески пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.1. Реактивы, растворы и аппаратура

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2} J_2\right)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2;

кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2} H_2SO_4\right)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей крахмала 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации $c\left(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы того же класса точности;

эксикатор по ГОСТ 25336;

бюретки (1—4)—2—50—0,1 по НТД;

колбы конические Кн-1—250—19/26 (24/29) по ГОСТ 25336;

цилиндры 1—5, 1—25, 1—50 по ГОСТ 1770;

пипетки 1(2)—2—50 по НТД;

набор гирь 2-го класса точности по ГОСТ 7328**.

Допускается применение другой посуды с метрологическими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3.2. Проведение анализа

0,25 г безводного сульфита натрия быстро взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 с притертой пробкой, в которую предварительно наливают 50 см^3 раствора йода и 25 см^3 раствора серной кислоты. Колбу закрывают пробкой, раствор тщательно перемешивают до полного растворения препарата и оставляют на 5 мин. Избыток йода оттитровывают раствором серноватистокислого натрия до появления светло-желтой окраски раствора, приливают 2 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения голубой окраски раствора.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов, но без анализируемого продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

---

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

**С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001 (здесь и далее).

3.3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot 0{,}006302 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование навески пробы, см^3;

0,006302 — масса сульфита натрия, соответствующая 1 см^3 раствора серноватистокислого натрия концентрации точно с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4 %. При попадании результата анализа в зоны 97,5—97,66 (для продукта высшего сорта), 94,0—94,16 (для первого сорта), 93,0—93,16 (для технического продукта) необходимо одно дополнительное определение. Результат в этом случае вычисляют как среднее арифметическое из результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между крайними значениями которых не должны превышать 0,46 % при $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. №1, 4).

3.3.4. Нормы точности измерений

Показатель точности измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ $\Delta t = \pm 0{,}4$ % находится в интервале массовых долей 92—98 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

Метод основан на гравиметрическом определении массы нерастворимого остатка навески пробы после ее нагревания в воде в течение 1 ч.

3.4.1. Реактивы, растворы и аппаратура

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор с массовой долей 10—15 %;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками;

набор гирь по ГОСТ 7328 2-го класса точности;

шкаф сушильный с погрешностью регулирования температуры ± 2,5 °С;

тигли фильтрующие ТФ ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336.

Для удаления активно растворяющихся участков новой фильтрующей пластинки, искажающих получаемый результат, новые фильтры следует дважды промыть горячим раствором Na_2CO_3 с массовой долей 10—15 % при температуре 50—70 °С, затем промыть теплой 50—60 °С дистиллированной водой до щелочности по фенолфталеину и высушить;

стаканы В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндры 1—250 по ГОСТ 1770;

эксикатор по ГОСТ 25336 с герметично пришлифованной крышкой, заполненный силикагель-индикатором по ГОСТ 3956, активной окисью алюминия или хлористым кальцием, предварительно прокаленным при 250—300 °С в течение 1—2 ч.

3.4; 3.4.1. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3.4.2. Проведение анализа

25 г безводного сульфита натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан и растворяют в 200 см^3 воды. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески, г;

m_1 — масса высушенного остатка, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,003 % для высшего и 1-го сортов и 0,005 % — для технического при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.4. Нормы точности измерений

Показатель точности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ $\Delta t = \pm 0,0015$ % для марки «фотографический» и $\Delta t = \pm 0,0025$ % для марки «технический».

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.5. Определение массовой доли щелочи в пересчете на Na_2CO_3

Измерение основано на титровании пробы раствором соляной кислоты после окисления сульфита натрия перекисью водорода.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.5.1. Реактивы, растворы и аппаратура

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517, свежеприготовленная;

водорода (пероксид) (пергидроль) по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей пероксида водорода 30 %, нейтрализованный раствором гидроокиси натрия по индикатору метиловому красному;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1;

метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей метилового красного 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы того же класса точности;

бюретки (1—4)—2—25—0,1 по НТД;

колбы конические Кн-1—250—19/26 (24/29) по ГОСТ 25336;

эксикатор по ГОСТ 25336;

цилиндры 1—25, 1—100 по ГОСТ 1770;

набор гирь по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

Допускается применение другой посуды с метрологическими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

3.5.2. Проведение анализа

10 г безводного сульфита натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 воды. К полученному раствору медленно добавляют 15 см^3 перекиси водорода, перемешивают, нагревают на кипящей водяной бане до тех пор, пока объем раствора не уменьшится наполовину, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 5 капель индикатора и титруют раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски раствора в красную.

3.5.3. Обработка результатов

Массовую долю щелочи в пересчете на Na_2CO_3 (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,0053 \cdot 100}{m},$$

где V— объем раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

0,0053 — масса Na_2CO_3, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 01 моль/дм^3, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02 %.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.5.4. Показатель точности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ $\Delta t = \pm 0,005$ % находится в интервале массовых долей от 0,07 до 0,7 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.6. Определение массовой доли тиосульфата

Метод основан на визуальном сравнении интенсивности окраски раствора пробы со стандартным раствором тиосульфат-иона в присутствии раствора азотнокислого серебра. Для маскировки хлорид-ионов оценка интенсивности окраски реактивов проводится на фоне молочного стекла или белой бумаги.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.6.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота азотная по ГОСТ 4461 раствор плотностью 1,15 г/см^3;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2;

раствор, содержащий 1 мг $S_2O_3^{2-}$ в 1 см^3 раствора, готовят по ГОСТ 4212; 100 см^3 приготовленного раствора разбавляют в мерной колбе до 1 дм^3 и тщательно перемешивают. 1 см^3 полученного раствора содержит 0,1 мг $S_2O_3^{2-}$ — раствор А. Раствор А применяют в день его приготовления;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3, хранят в склянке из оранжевого стекла;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы того же класса точности;

колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 1,2—2—20, 1—2—0,5(1), 2—2—2, 2—2—5, 2—2—100 по НТД;

эксикатор по ГОСТ 25336;

стаканчики для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336;

цилиндры 4—100 по ГОСТ 1770;

набор гирь по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

Допускается применение другой посуды с метрологическими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.6.2. Проведение анализа

0,5 г безводного сульфита натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в цилиндр для колориметрирования с притертой пробкой вместимостью 100 см^3 и растворяют в 20 см^3 воды. К полученному раствору прибавляют 1 см^3 раствора азотнокислого серебра, 5 см^3 азотной кислоты, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин на фоне молочного стекла (для маскирования взвеси хлористого серебра в случае его образования) окраска и опалесценция анализируемого раствора не будут интенсивнее окраски и опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме 1 см^3 раствора азотнокислого серебра, 5 см^3 азотной кислоты и 0,2 см^3 раствора А — для продукта высшего сорта или 1 см^3 — для первого сорта и технического.

3.7. Определение массовой доли железа

Определение основано на фотоколориметрическом измерении интенсивности окраски растворов комплексного соединения Fe^{2+} с комплексующими реактивами 2,2′-дипиридилом или *о*-фенантролином.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.7.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор, разбавленный 1:1;

бумага индикаторная «конго» красная;

гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей гидроксиламина гидрохлорида 10 %;

квасцы железоаммонийные по НТД;

кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,14 г/см^3, разбавленная 1:1, и растворы концентраций *с* (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н.) и *с* (HCl) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н); готовят по ГОСТ 25794.1;

натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей уксуснокислого натрия 20 %;

о-фенантролин, готовят следующим образом: 0,5 г препарата растворяют в 250 см^3 воды, раствор хранят в склянке из оранжевого стекла;

раствор, содержащий 1 мг железа в 1 см^3 раствора, готовят по ГОСТ 4212; 5 см^3 приготовленного раствора подкисляют 10 см^3 раствора 1 н. соляной кислоты и разбавляют водой до 1 дм^3. 1 см^3 полученного раствора содержит 0,005 мг железа — раствор А. Раствор А применяют в день его приготовления;

бюретки 1,2,3—2—10—0,05 по НТД;

мерные колбы 2—50—2,2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

2,2′-дипиридил (альфа-альфа-дипиридил), раствор с массовой долей 2,2′-дипиридила 0,5 %; готовят следующим образом: 0,5 г препарата растворяют в 95 см^3 горячей воды с добавлением 5 см^3 0,01 н. раствора соляной кислоты;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы того же класса точности;

пипетки 2—2—2, 2,4,5—2—5,6,7—2—25 по НТД;

стаканы В(Н)-1—100 ТХС по ГОСТ 25336;

эксикатор по ГОСТ 25336;

фотоэлектроколориметры типа ФЭК-М, КФК-2;

цилиндры 1—25 по ГОСТ 1770;

набор гирь по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

Допускается применение другой посуды с метрологическими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

3.7.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы: в мерные колбы вместимостью 50 см^3 отмеривают из бюретки соответственно 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0 см^3 раствора А. Объемы растворов доводят водой до 25 см^3, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге конго красной до перехода синего цвета в фиолетовый и добавляют 2—3 капли раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1. В каждую колбу последовательно приливают 2 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида, 3 см^3 уксуснокислого натрия, 2 см^3 раствора *о*-фенантролина или 2 см^3 раствора 2,2′-дипиридила и доводят объем раствора водой до метки. После добавления каждого реактива содержимое колб тщательно перемешивают.

Полученные образцовые растворы содержат соответственно 0,005; 0,0075; 0,010; 0,0125; 0,015; 0,020 мг железа.

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

Через 10 мин измеряют оптические плотности образцовых растворов на фотоэлектроколориметре (на левом барабане) по отношению к раствору сравнения в кювете с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм при длине волны (500±10) нм и (520±10) нм при работе соответственно с *о*-фенантролином и 2,2′-дипиридилом. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс известные массы железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

3.7.3. Проведение анализа

2 г безводного сульфита натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 25 см^3 воды, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты плотностью 1,14 г/см^3 и выпаривают на кипящей водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 25 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят раствор до метки водой и тщательно перемешивают. 10—20 см^3 полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, избыток кислоты нейтрализуют по бумаге «конго» красной (кусочек которой опускают в раствор) раствором аммиака до появления фиолетового цвета бумаги и прибавляют 2—3 капли раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1. К раствору последовательно приливают 2 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида, 3 см^3 уксуснокислого натрия, 2 см^3 раствора *о*-фенантролина или 2 см^3 раствора 2,2′-дипиридила и доводят раствор до метки водой. После добавления каждого реактива содержимое колбы тщательно перемешивают.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов, но без анализируемого раствора.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к соответствующей аликвотной части раствора контрольного опыта, также как и при построении градуировочного графика. На основании полученной оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу железа в анализируемой пробе.

3.7.1—3.7.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).**

3.7.4. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000},$$

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

V— объем аликвотной части анализируемого раствора, $см^3$;

m— масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0005 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.5. Нормы точности измерений

Показатель точности измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ $\Delta t = \pm 0{,}00025$ находится в интервале массовых долей железа 0,002—0,006 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов (Pb)

Метод основан на визуальном сравнении интенсивности окраски раствора пробы со стандартным раствором свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.8.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

бумага универсальная индикаторная;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, раствор с массовой долей виннокислого калия-натрия 20 %;

калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей гидроокиси калия 40 %;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.;

раствор, содержащий 1 мг свинца в 1 $см^3$ раствора, готовят по ГОСТ 4212;

1 $см^3$ приготовленного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают — раствор А; 1 $см^3$ раствора А содержит 0,01 мг свинца;

тиоацетамид (реактив), раствор с массовой долей тиоацетамида 2 %; годен в течение 3 суток;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы того же класса точности;

колбы мерные 2—100—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 1—2—1; 4,5—2—2 по НТД;

стаканы В-1—50 ТХС по ГОСТ 25336;

эксикатор по ГОСТ 25336;

цилиндры 4—50 или 4—100 по ГОСТ 1770;

набор гирь по ГОСТ 7328 2-го класса точности. Допускается применение другой посуды с метрологическими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.8.2. Проведение анализа

2 г безводного сульфита натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 15 $см^3$ воды и доводят соляной кислотой pH раствора до 1 по универсальной индикаторной бумаге. Затем вносят 1,5 $см^3$ раствора виннокислого калия-натрия и доводят раствором гидроокиси калия pH раствора до 10—12 по универсальной индикаторной бумаге. Далее прибавляют 1,5 $см^3$ раствора тиоацетамида, перемешивают и переносят раствор в цилиндр для колориметрирования с притертой пробкой. Объем раствора доводят водой до 30 $см^3$ и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин на фоне молочного стекла окраска столба анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым веществом и содержащего в таком же объеме 1,5 $см^3$ раствора виннокислого калия-натрия, 1 $см^3$ раствора гидроокиси калия, 1,5 $см^3$ раствора тиоацетамида и 1 $см^3$ раствора А — для продукта высшего сорта и 4 $см^3$ раствора А — для продукта первого сорта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.9. Определение наличия сернистого натрия

Метод основан на визуальном сравнении двух аммиачных растворов пробы, в один из которых введен раствор азотнокислого серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.9.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

аммиак водный по ГОСТ 3760; раствор 1:1;

аммиачный раствор азотнокислого серебра, готовят из равных частей аммиака и раствора с массовой долей азотнокислого серебра 10 %; раствор применяют в день его приготовления.

Остаток неиспользованного раствора, а также отработанные растворы выливают сразу после окончания анализа, так как при стоянии образуют взрывоопасные смеси;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей азотнокислого серебра 10 %; раствор хранят в склянке из оранжевого стекла;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы того же класса точности;

пипетки 1,2—2—10, 1,2—2—20 по НТД;

секундомер механический по ГОСТ 8.423;

эксикатор по ГОСТ 25336;

цилиндры 4—50 или 4—100 по ГОСТ 1770;

набор гирь по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

Допускается применение другой посуды с метрологическими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.9.2. Проведение анализа

Две пробы безводного сульфита натрия по 1 г взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака. Навески помещают в цилиндры для колориметрирования с притертыми пробками вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 20 $см^3$ воды. В одну из проб добавляют 10 $см^3$ аммиачного раствора азотнокислого серебра и энергично перемешивают. В другую пробу добавляют 10 $см^3$ раствора аммиака 1:1.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если ровно через 2 мин проба, обработанная аммиачным раствором азотнокислого серебра, не будет иметь более интенсивную окраску или мутность, чем проба, обработанная раствором аммиака.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Безводный сульфит натрия упаковывают в полиэтиленовые мешки-вкладыши, вложенные в четырех-, пяти-, шестислойные бумажные мешки марок НМ и БМ по ГОСТ 2226, а также вложенные в сухотарные деревянные бочки по ГОСТ 8777 вместимостью до 100 $дм^3$. Масса продукции в мешке — в соответствии с ГОСТ 2226, допустимое отклонение ± 1 кг.

Полиэтиленовые мешки-вкладыши заваривают или завязывают двойным узлом, для чего верхнюю часть наполненного мешка собирают в пучок, перегибают и плотно завязывают ниткой «Корд» или шпагатом, или стягивают зажимом, или прошивают скобами с предварительным перегибом мешка, бумажные прошивают машинным способом. По согласованию с потребителем допускается одновременно прошивать полиэтиленовый мешок-вкладыш и бумажный мешок.

Безводный сульфит натрия по согласованию с потребителем поставляют также в специализированных мягких контейнерах для сыпучих продуктов типов МКР-1,0 М; МКР-1,0 С; МКО-0,5 С; МКО-1,0 С; МК-1,0 Л; МК-0,5 Л.

Безводный сульфит натрия марки «фотографический» для розничной торговли упаковывают в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 6—1.

Группа фасовки: IV, V.

Расфасованный продукт упаковывают в фанерные ящики типа IV, V по ГОСТ 5959, или деревянные № 21—1 типа II по ГОСТ 18573, или картонные ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13841 или по ГОСТ 13516, или картонные ящики по ГОСТ 13515.

При транспортировании продукта мелкими отправками его упаковывают в полиэтиленовые мешки-вкладыши, вложенные в фанерные ящики типов V, VI по ГОСТ 5959, или деревянные ящики № 21—1 типа II по ГОСТ 18573, или сухотарные деревянные бочки по ГОСТ 8777.

В районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности безводный сульфит натрия транспортируют упакованным в полиэтиленовые мешки-вкладыши, вложенные в четырех-, пяти-, шестислойные бумажные мешки по ГОСТ 2226 и затем в льно-джуто-кенафные мешки по ГОСТ 30090 или в контейнеры типа МКО-0,5 С, МКО-1,0 С, МК-0,5 Л, МК-1,0 Л.

Безводный сульфит натрия марки «фотографический» транспортируют в районы Крайнего Севера по ГОСТ 15846.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги», знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153). Манипуляционный знак «Беречь от влаги» на специализированные контейнеры не наносят.

Дополнительно на каждую упаковку наносят следующие обозначения:

наименование продукта;

дату изготовления;

номер партии;

марку и сорт;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

4.3. Маркировка каждой единицы потребительской тары — по ГОСТ 3885 с нанесением следующих обозначений:

наименования предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименования продукта и его эмпирической формулы;

обозначения соответствующего нормативно-технического документа на продукт;

номера партии;

штампа технического контроля;

годен до (квартал, год);

предупредительной надписи «Беречь от влаги»;

массы нетто.

Этикетка должна быть красочно оформлена.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4. **(Исключен, Изм. № 2).**

4.5. Безводный сульфит натрия транспортируют транспортом всех видов, в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

По железной дороге продукт транспортируют повагонными и мелкими отправками.

Специализированные мягкие контейнеры транспортируют повагонными отправками на открытом подвижном составе в соответствии с условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР, прямым сообщением с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях предприятий.

Упакованный в мешки, ящики и бочки продукт транспортируют пакетами. Основные параметры и размеры пакетов — по ГОСТ 24597. Выбор средств скрепления пакетов — по ГОСТ 21650.

Допускается транспортировать продукт в непакетированном виде по согласованию с потребителем.

Безводный сульфит натрия речным транспортом транспортируют только в пакетированном виде или в мягких контейнерах.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

4.6. Безводный сульфит натрия должен храниться в закрытых складских помещениях в неповрежденной упаковке.

Продукт, упакованный в специализированные контейнеры, допускается хранить на площадке, защищенной от солнечных лучей и атмосферных осадков, или под навесом.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие безводного сульфита натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения.

Гарантийный срок хранения — 1 год со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 6. **(Исключен, 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 16.07.75 № 1821

3. Соответствует МС ИСО 418—76 в части продукта марки фотографический высшего сорта

4. ВЗАМЕН ГОСТ 5644—66

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.423—81	3.9.1	ГОСТ 7328—82	3.3.1, 3.4.1, 3.5.1, 3.6.1,3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 12.1.007—76	1а.2		
ГОСТ 12.4.016—83	1а.4	ГОСТ 8777—80	4.1
ГОСТ 83—79	3.4.1	ГОСТ 10163—76	3.3.1
ГОСТ 199—78	3.7.1	ГОСТ 10929—76	3.5.1
ГОСТ 1277—75	3.6.1, 3.9.1	ГОСТ 13515—91	4.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.4.1, 3.5.1, 3.6.1,3.7.1, 3.8.1, 3.9.1	ГОСТ 13516—86	4.1
		ГОСТ 13841—95	4.1
ГОСТ 2226—88	4.1	ГОСТ 14192—96	4.2
ГОСТ 3118—77	3.5.1, 3.7.1, 3.8.1	ГОСТ 15846—2002	4.1
ГОСТ 3760—79	3.7.1, 3.9.1	ГОСТ 18300—87	3.5.1
ГОСТ 3885—73	3.1.1, 4.1, 4.3	ГОСТ 18573—86	4.1
ГОСТ 3956—76	3.4.1	ГОСТ 19433—88	4.2
ГОСТ 4159—79	3.3.1	ГОСТ 21650—76	4.5
ГОСТ 4204—77	3.3.1	ГОСТ 24104—88	3.3.1, 3.4.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1, 3.7.1, 3.8.1		
ГОСТ 4328—77	3.5.1	ГОСТ 24363—80	3.8.1
ГОСТ 4461—77	3.6.1	ГОСТ 24597—81	4.5
ГОСТ 4517—87	3.5.1	ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.4.1,3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 4919.1—77	3.3.1, 3.5.1		
ГОСТ 5456—79	3.7.1	ГОСТ 25794.1—83	3.3.1, 3.5.1, 3.7.1
ГОСТ 5845—79	3.8.1	ГОСТ 25794.2—83	3.3.1, 3.6.1
ГОСТ 5959—80	4.1	ГОСТ 25794.3—83	3.6.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.4.1, 3.5.1, 3.6.1,3.8.1, 3.9.1	ГОСТ 27068—86	3.3.1, 3.6.1
		ГОСТ 30090—93	4.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7. ИЗДАНИЕ (ноябрь 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в апреле 1981 г., мае 1986 г., декабре 1987 г., марте 1990 г. (ИУС 6—81, 8—86, 3—88, 6—90)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 22.12.2003. Подписано в печать 16.01.2004. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,50.
Тираж 76 экз. С 239. Зак. 8.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru