ГОСТ 545—76

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЙОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.47:006.354 Группа Л11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЙОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

ГОСТ 545—76

Iodine for industrial use.
Specifications

ОКП 21 1291

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на технический йод, изготовляемый для нужд народного хозяйства и экспорта, представляющий собой кристаллический продукт серо-черного цвета с металлическим блеском, размером кусков около 30 мм.

Формула: I_2.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 253,809.

Требования настоящего стандарта являются обязательными, кроме п. 5 таблицы.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Технический йод 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 способа получения и применения йод выпускают двух марок:

А — для производства синтетического каучука, лекарственных средств, редких металлов;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 2002

Б — для производства йодистых солей.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. По физико-химическим показателям технический йод должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марок	
	А ОКП 21 1291 0100 08	Б ОКП 21 1291 0200 05
1. Массовая доля йода,%,не менее	99	97
2. Массовая доля хлорида и бромида,%,не более	0,01	0,015
3. Массовая доля органических веществ,%,не более	0,08	0,2
4. Массовая доля остатка при прокаливании,%,не более	0,05	0,15
5. Массовая доля воды,%,не более	0,8	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1, 4).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Йод пожаро- и взрывобезопасен, токсичен.

2а.2. Пары йода обладают раздражающим действием на дыхательные пути, слизистую оболочку глаз, ядовиты.

Йод оказывает прижигающее действие на кожу и вызывает дерматиты.

2а.3. Предельно допустимая концентрация паров йода в воздухе рабочей зоны помещений — 1 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005. В соответствии с ГОСТ 12.1.007 йод относится ко 2-му классу опасности.

2а.4. Подготовку проб и проведение анализов, связанных с выделением свободного йода, проводят в вытяжном шкафу.

2а.5. Рабочие помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей чистоту воздуха в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

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

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Технический йод принимают партиями. Партией считают любое количество йода, однородного по своим показателям качества,

сопровождаемого одним документом о качестве, но не более суточной выработки.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукта и его марку;

номер партии;

количество тарных мест в партии и их порядковые номера;

дату изготовления;

массу нетто;

результаты анализов;

обозначение настоящего стандарта.

2.2. Для проверки качества йода отбирают каждую единицу упаковки.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.4. Массовую долю воды в продукте определяют по требованию потребителя.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Разовые пробы йода отбирают щупом, погружая его до дна единицы упаковки. Масса точечной пробы должна быть не менее 50 г. От каждой единицы упаковки отбирают не менее трех точечных проб.

3.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают, сокращают методом квартования до массы средней пробы не менее 300 г и измельчают.

3.1.1, 3.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.1.3. Полученную среднюю пробу помещают в чистую сухую банку с притертой пробкой. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы.

3.2. Определение массовой доли йода

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Стаканчик СН-34/12, СН-45/13, СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1(2)—250—19/26 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 50 $см^3$.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163 с массовой долей в растворе 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы лабораторные общего назначения 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,4 г йода взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) в предварительно взвешенную бюксу, содержащую 3 г йодистого калия и 5 $см^3$ воды.

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 $см^3$ приливают около 100 $см^3$ 3 %-ного раствора йодистого калия, затем в колбу переносят содержимое бюксы, тщательно перемешивают и титруют раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю технического йода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01269 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,01269 — масса йода, соответствующая 1 $см^3$ раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,7 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

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

3.3. Определение массовой доли хлорида и бромида

3.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Стаканчик СН-34/12, СН-45/13, СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Стакан В—1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—5 по ГОСТ 1770.

Колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770.

Воронка В по ГОСТ 25336.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,2 моль/дм^3 (0,2 н.).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 с массовой долей в растворе 1 и 25 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Раствор, содержащий хлорид-ион, готовят по ГОСТ 4212.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Весы лабораторные общего назначения 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2. *Проведение анализа*

Около 1 г йода взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) в предварительно взвешенной бюксе, переносят в химический стакан вместимостью 200—250 см^3 и добавляют 50 см^3 0,2 н. раствора гидроокиси натрия. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения йода, прибавляют 1 см^3 раствора ортофосфорной кислоты, после этого кипятят до обесцвечивания, проверяя полноту удаления йода йодкрахмальной бумагой. Затем в кипящий раствор приливают 1 см^3 перекиси водорода и продолжают кипятить до полного обесцвечивания. Объем анализируемого раствора в стакане при кипячении поддерживают равным 50 см^3, для этого периодически добавляют воду.

Охлажденный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки,тщательно перемешивают, а затем фильтруют через плотный беззольный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячим 1 %-ным раствором азот-

ной кислоты. К 20 см^3 фильтрата и к такому же объему раствора сравнения, приготовленному одновременно и содержащему

для марки А — 0,02 мг Cl;

для марки Б — 0,03 мг Cl,

добавляют по 1 см^3 25 %-ного раствора азотной кислоты, по 1 см^3 0,1 н. раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Йод считают соответствующим настоящему стандарту, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Определение массовой доли органических веществ

3.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Шкаф сушильный.

Весы лабораторные общего назначения 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Баня водяная.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканчик СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, с массовой долей в растворе 1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. *Проведение анализа*

В бюксу, предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают около 5 г хорошо растертого йода и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака). Навеску распределяют тонким слоем по дну бюксы, ставят на водяную баню и отгоняют йод. Конец отгонки определяют по прекращении выделения фиолетовых паров. После отгонки йода стаканчик помещают в сушильный шкаф, сушат 15 мин при температуре (100±5) °С, охлаждают в эксикаторе, после этого взвешивают нелетучий остаток (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Для проверки полноты отгонки йода остаток количественно переносят хлороформом в коническую колбу, тщательно перемешивают и оттитровывают раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования крахмал.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4.3. *Обработка результатов*

Массу неотогнанного йода (m_1) в граммах вычисляют по формуле

$$m_1 = V \cdot 0{,}001269,$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,01 моль/дм^3,см^3;

0,001269 — масса йода, соответствующая 1 см^3 раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,01 моль/дм^3,г.

Массовую долю органических веществ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} - X_2,$$

где m — масса навески,г;

m_1 — масса неотогнанного йода,г;

m_2 — масса нелетучего остатка,г;

X_2 — массовая доля остатка при прокаливании, определяемая по п. 3.5,%.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20 % относительно среднего результата определения вычисляемой концентрации при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.5. Определение массовой доли остатка при прокаливании

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.5.1. *Аппаратура*

Чаша типа КП-20 по ГОСТ 19908.

Печь муфельная.

Баня водяная или песчаная.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.2. *Проведение анализа*

Около 8 г хорошо растертого йода помещают в кварцевую чашу, прокаленную до постоянной массы при 800 °С, накрывают часовым стеклом и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака).

Кварцевую чашу, накрытую часовым стеклом, предварительно взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Навеску йода испаряют на водяной или песчаной бане, а затем прокаливают в муфельной печи при 800 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю остатка при прокаливании (X_2) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса прокаленного остатка, г;

m_1 — масса навески йода, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20 %, относительно среднего результата определения вычисляемой концентрации при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

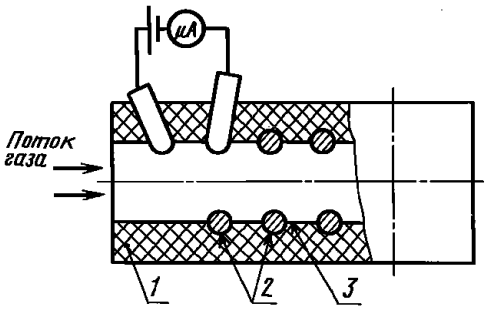
3.6. Определение массовой доли воды

3.6.1. *Аппаратура и реактивы*

Прибор вторичный типа КСП-4 с шириной диаграммной ленты 250 мм, скоростью движения 240 мм/ч, значением шкалы — 10 мВ.

Влагомер типа «Корунд» с датчиком, представляющим собой трубчатый чувствительный элемент (черт. 1).

Склянка Тищенко для промывания газов по ГОСТ 25336, типа СПТ.

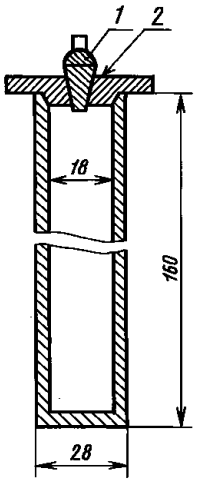


1 — корпус чувствительного элемента; *2* — платиновые геликоидальные электроды; *3* — гидроскопическая пленка (пятиокись фосфора)

Черт. 1

Весы лабораторные общего назначения 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

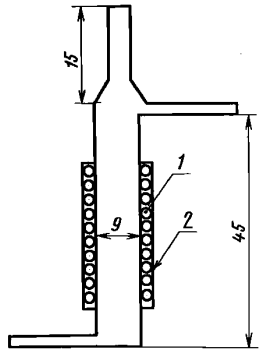
Фторопластовый цилиндр (черт. 2).



1 — пробка; *2* — отверстие для ввода шприца

Черт. 2

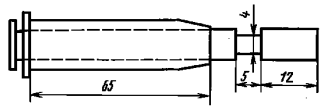
Печь для сублимации йода (черт. 3).



1 — нагревательный элемент;
2 — изоляция из асбестового листа

Черт.

Шприц медицинский со стеклянным поршнем, вместимостью 1 см³ (черт. 4).



Черт. 4

Холодильник стеклянный по ГОСТ 25336, типа ХПГ-100.
Лабораторный автотрансформатор типа ЛАТР-1 или ЛАТР-2м.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х. ч.
Магний хлорнокислый безводный.
Азот газообразный по ГОСТ 9293.
(Измененная редакция, Изм. № 2).
3.6.2. *Подготовка к анализу*
Установку (см. черт. 5) проверяют на герметичность и выводят на

режим в соответствии с инструкцией по монтажу и эксплуатации прибора «Корунд», при этом ток электролиза должен соответствовать паспортным данным.

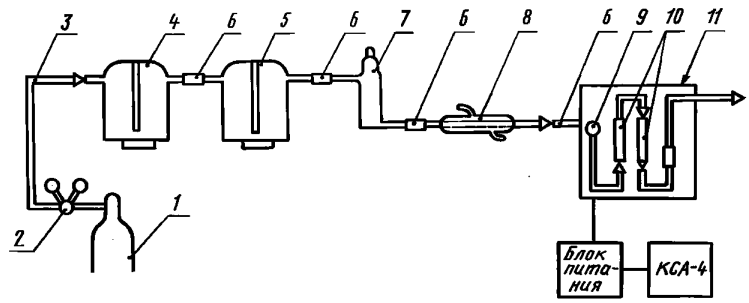
Для отбора пробы во фторопластовый цилиндр помещают 15—20 г растертого йода, хорошо перемешивают встряхиванием.

Места соединений шприца с фторопластовым цилиндром и печью для сублимации йода должны быть пришлифованы. Холодильник по мере загрязнения промывают раствором серноватистокислого натрия.

3.6.3. *Проведение анализа*

Шприц, предварительно взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), вводят во фторопластовый цилиндр, который затем переворачивают и отбирают навеску. Тщательно очищают наружную поверхность шприца от остатков йода и взвешивают.

Установка для определения воды



1 — баллон с азотом; *2* — редуктор; *3* — резиновый шланг; *4* — склянка Тищенко (с ангидроном); *5* — склянка Тищенко (с P_2O_5); *6* — фторопластовая трубка; *7* — печь для сублимации йода; *8* — холодильник; *9* — стеклянный фильтр; *10* — чувствительные элементы; *11* — ротаметр

Черт. 5

Шприц с навеской вводят в нагретую до 120—130 °С печь. Систему продувают осушенным азотом и после выхода прибора на рабочий режим дозируют йод, который сублимируется в печи и кристаллизуется в холодильнике, охлаждаемом водопроводной водой, при этом

влага, содержащаяся в йоде, потоком осушенного азота подается на чувствительные элементы датчика прибора «Корунд».

Вторичный прибор фиксирует пик и выходит на начальные показания, после этого можно вводить следующую пробу йода.

На время отбора пробы печь для сублимации закрывают притертой стеклянной пробкой.

Площадь пика соответствует массовой доле воды в продукте. Пики взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Для определения массы 1 мм^2 площади диаграммной бумаги одновременно с пиком вырезают площадку размером 50 × 100 мм и взвешивают с той же точностью. Массу 1 мм^2 диаграммной бумаги (m_2) в миллиграммах вычисляют по формуле

$$m_2=2 \cdot 10^{-4} \cdot m,$$

где m — масса площадки, мг.

3.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю воды в йоде (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{7{,}48 \cdot 10^{-6} K_{\text{п}} \cdot m \cdot 100}{m_1 \cdot m_2},$$

где $7{,}48 \cdot 10^{-6}$ — масса воды, соответствующая 1 мм^2 площади пика, мг;

$K_{\text{п}}$ — коэффициент загрубления прибора;

m — масса площади пика, мг;

m_1 — масса навески йода, мг;

m_2 — масса 1 мм^2 диаграммной бумаги, мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20 % относительно среднего результата определения вычисляемой концентрации при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.6.3, 3.6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Йод упаковывают в картонные навивные барабаны по ГОСТ 17065, типов I, II или III, вместимостью не более 28 $дм^3$, толщиной фанерного дна не менее 5 мм, с вкладышем из полиэтилентерефталатной пленки по ГОСТ 24234 или другой нормативной документации или в деревянные бочки по ГОСТ 8777 вместимостью 15, 25 $дм^3$, с вкладышем из полиэтилентерефталатной пленки по ГОСТ 24234 или другой НД. Масса нетто — не более 50 кг.

При поставке на экспорт йод упаковывают в соответствии с требованиями ГОСТ 26319, условиями договора предприятия с внешнеэкономической организацией или контракта с иностранным покупателем.

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

4.2. Мешки-вкладыши завариваются.

4.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от нагрева», «Беречь от влаги», «Герметичная упаковка» и дополнительных надписей, характеризующих продукцию:

наименования продукта и его марки;

номера партии и места;

даты изготовления;

обозначения настоящего стандарта;

обозначения знака опасности по ГОСТ 19433 (классификационный шифр 8373, черт. 8, серийный номер ООН 1759).

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.5. Йод транспортируют любым видом транспорта в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Транспортирование йода по железной дороге и водным транспортом осуществляют мелкими отправками на поддонах типа «4Я с цельными стенками и крышкой» по ГОСТ 9570 или в универсальных контейнерах по ГОСТ 15102 или ГОСТ 20435.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.6. Йод хранят в упакованном виде в крытых складских помещениях, исключающих попадание прямых солнечных лучей на тару с продуктом.

4.7. **(Исключен, Изм. № 4).**

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Гарантийный срок хранения йода — год со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 22.10.76 № 2372

3. Срок проверки — 1997 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 545—71

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2а.3; 2а.5
ГОСТ 12.1.007—76	2а.3
ГОСТ 1277—75	3.3.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1
ГОСТ 4212—76	3.3.1
ГОСТ 4232—74	3.2.1
ГОСТ 4328—77	3.3.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 4461—77	3.3.1
ГОСТ 6552—80	3.3.1; 3.6.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1; 3.3.1
ГОСТ 8777—80	4.1
ГОСТ 9293—74	3.6.2
ГОСТ 9570—84	4.5
ГОСТ 10163—76	3.2.1; 3.4.1
ГОСТ 10929—76	3.3.1
ГОСТ 14192—96	4.3
ГОСТ 15102—75	4.5
ГОСТ 17065—94	4.1
ГОСТ 19433—88	4.3
ГОСТ 19908—90	3.5.1
ГОСТ 20015—88	3.4.1
ГОСТ 20435—75	4.5
ГОСТ 24234—80	4.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.5.1; 3.6.1
ГОСТ 25794.2—83	3.2.1; 3.4.1
ГОСТ 26319—84	4.1
ГОСТ 27068—86	3.2.1; 3.4.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 07.04.92 № 367

7. ИЗДАНИЕ (март 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в январе 1982 г., январе 1987 г., ноябре 1987 г., апреле 1992 г. (ИУС 4—82, 4—87, 2—88, 7—92)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 03.04.2002.
Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,87. Тираж 51 экз. С 4939. Зак. 114.

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