

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ НАДСЕРНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4146—74

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.32'227—41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КАЛИЙ НАДСЕРНОКИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents.
Potassium persulphate.
Specifications

ГОСТ 4146—74

ОКП 26 2113 0720 00

Срок действия с 01.07.75

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на надсернокислый калий, который представляет собой белый кристаллический порошок, растворимый в воде.

Формула: $K_2S_2O_8$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 270,29.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям надсернокислый калий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов 1983

Наименование показателя	Значение	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 0722 09	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 0721 10
1. Массовая доля надсернокислого калия ($K_2S_2O_8$), %, не менее	99,5	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,010
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,005	0,020
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010
6. Массовая доля марганца (Mn), %, не более	0,0001	0,0005
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,005

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При выполнении операций взвешивания используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2 или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 270 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Определение массовой доли надсернокислого калия

3.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83 и раствор с массовой долей 20%.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора), раствор концентрации c ($(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$) = = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) в растворе серной кислоты концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм³ (1 н.).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 40 см³ раствора соли Мора, 0,5 г углекислого натрия, 15 см раствора серной кислоты с массовой долей 20% и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей розовой окраски.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}01352 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см³;

m — масса препарата, г;

0,01352 — масса надсернокислого калия, соответствующая 1 см³ марганцовокислого калия концентрации точно 1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать значения допускаемого расхождения, равного 0,2%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Аппаратура и реактивы*

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336—82.
Тигель ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.
Цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770—74.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3.2. *Проведение анализа*

30,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 300 см³ горячей воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через 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 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 — 0,9 мг,
для препарата чистый — 3 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.4. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4—74 фотометрическим или визуально-колориметрическим методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 0,25 г растертого в порошок препарата помещают в круглодонную колбу К-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82), растворяют в 45 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10671.4—74.

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

для препарата чистый для анализа — 0,012 мг,
для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота определение проводят фотометрическим методом.

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

3.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 см³. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336—82, растворяют в 37 см³ воды, и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

К фильтрату прибавляют 1 см³ этилового ректификованного спирта (ГОСТ 18300—87, высший сорт), тщательно перемешивают и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Cl,

для препарата чистый — 0,05 мг Cl,

1 см³ спирта и те же объемы реактивов.

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

3.6. Определение массы железа проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1,00 г препарата помещают в фарфоровую чашку, прибавляют 5 см³ воды, 5 см³ раствора соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане. Остаток растворяют при нагревании в 10 см³ воды и 0,2 см³ раствора соляной кислоты и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³) и далее определение проводят по ГОСТ 10555—75 без добавления раствора соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,010 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массы железа определение проводят фотометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. 1, 2).

3.7. Определение массовой доли марганца

3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пипетка 4—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Пробирка П4—25—14/23 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Чашка выпарительная 3 по ГОСТ 9147—80.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, х. ч.

Раствор, содержащий 1 мг/см³ марганца; готовят по ГОСТ 4212—76.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 840 см³ воды прибавляют, перемешивая, 100 см³ азотной кислоты и 70 см³ ортофосфорной кислоты; смесь кипятят в течение 10 мин и охлаждают.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата помещают в чашку, смачивают 0,5 см³ воды, выпаривают досуха на водяной бане, а затем на песчаной — до полного разложения препарата (до удаления паров серной кислоты). Остаток растворяют в 15 см³ горячей (70—80°С) смеси кислот, переносят в пробирку, прибавляют 0,1 см³ раствора азотнокислого серебра, 1 г надсернокислого аммония, перемешивают и нагревают в стакане с горячей водой (80—90°С) в течение 10 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая после охлаждения по оси пробирки окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым в тех же условиях и содержащего в таком же объеме:

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

для препарата чистый — 0,0050 мг Mn,

15 см³ смеси кислот, 0,1 см³ раствора азотнокислого серебра и 1 г надсернокислого аммония.

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

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319—76 тиоацетамидным методом.

При этом 0,50 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), прибавляют 5 см³ воды, 5 см³ раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) с массовой долей 25% и упаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют при нагревании в 10 см³ воды и 0,2 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25%. Раствор переносят в коническую колбу или пробирку, нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 и далее определение проводят по ГОСТ 17319—76 фотометрически или визуально.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на фоне молочного стекла в проходящем свете окраска анализируемого раствора через 10 мин не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг Pb,

для препарата чистый — 0,025 мг Pb,

1 см³ раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора тиоацетамида.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят фотометрическим методом.

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

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—4.

Группа фасовки: III, IV, V, VI.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. Продукт перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Транспортную тару маркируют по ГОСТ 14192—77.

4.4. Продукт хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

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

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Надсернокислый калий может вызывать аллергические заболевания, дерматиты, бронхиальную астму.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки) от попадания препарата на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения в органы дыхания и пищеварения, а также соблюдать меры личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной механической вентиляцией; испытание препарата в лабораториях следует проводить в вытяжном шкафу.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. Г. Бойко, В. Г. Брудзь, И. Г. Гах, Г. В. Грязнов, Г. И. Ворович. В. Н. Сморо-динская, Л. В. Кидиарова, М. Б. Недув, Е. Н. Овчинникова, И. Л. Ротенберг,

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.04.74 № 852

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4146—65

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.2.1
ГОСТ 1277—75	3.7.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3 3.1. 3.7.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1
ГОСТ 4207—75	3.2.1
ГОСТ 4212—76	3.7.1
ГОСТ 4461—77	3.7.1
ГОСТ 6552—80	3.7.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3 1
ГОСТ 9147—80	3.7.1
ГОСТ 10555—75	3.6
ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 17319—76	3.5, 3.8
ГОСТ 18300—87	3.5
ГОСТ 20292—74	3.2.1, 3.7.1
ГОСТ 20478—75	3.7.1
ГОСТ 23932—79	3.3.1
ГОСТ 24104—80	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.5, 3 7.1
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1
ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1987 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1975 г., ноябре 1979 г., июле 1987 г. (ИУС 8—75, 12—79, 12—87)

6. Срок действия продлен до 01.07.93 Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.87 № 3136

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 12.01.88 Подп. в печ. 08.02.88 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,50 уч.-изд. л.
Тираж 5000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

ıа «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 385.