ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРАТА С ПРИМЕНЕНИЕМ БИХРОМАТА

ГОСТ 29208.4—91
(ИСО 3199—75)

Издание официальное

БЗ 10—91/1080

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.833.322.5:546.131.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Титриметрический метод определения массовой доли хлората с применением бихромата

Sodium chlorate for industrial use. Determination of chlorate mass fraction. Dichromate titrimetric method

ГОСТ 29208.4—91

(ИСО 3199—75)

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения массовой доли хлората с применением бихромата в техническом хлорате натрия.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на восстановлении хлората натрия известным избыточным количеством двухвалентной соли железа и титровании избытка двухвалентной соли железа титрованным раствором бихромата калия в присутствии дифениламин-4-сульфоната бария в качестве индикатора.

2. РЕАКТИВЫ

Ортофосфорная кислота по ГОСТ 6552, раствор с массовой долей приблизительно 85%.

Серная кислота по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей приблизительно 96% или концентрации приблизительно 36 моль/дм³.

Серная кислота по ГОСТ 4204, раствор концентрации приблизительно 18 моль/дм³.

Сульфат железа (II), раствор концентрации приблизительно 0,1 моль/дм³.

39,2 гексагидрата двойной соли сернокислого аммония и сернокислого железа (II) $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ по ГОСТ 4208 взвеши-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

вают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 500 см³ воды, медленно добавляют 40 см³ раствора серной кислоты концентрации 18 моль/дм³, охлаждают, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой и перемешивают. Раствор хранят в стеклянной бутыли с притертой стеклянной пробкой.

Бихромат калия, титрованный раствор концентрации 0,1 моль/дм³. Взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г 4,903 г бихромата калия по ГОСТ 4220 предварительно высушенного при температуре около 200°С приблизительно в течение 16 ч и охлажденного в эксикаторе. Растворяют в воде, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой и перемешивают. Раствор хранят в стеклянной бутыли с притертой стеклянной пробкой.

Допускается готовить и устанавливать титр раствора по ГОСТ 25794.2.

Дифениламин-4-сульфонат бария, раствор массовой концентрации 4 г/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

3. АППАРАТУРА

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Посуда и приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 1770 и ГОСТ 20292.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

4.1. Меры предосторожности

Хлорат натрия является токсичным веществом (переводит гемоглобин крови в метгемоглобин, вызывает распад эритроцитов), сильным окислителем, самовоспламеняется.

Не допускать хранения и работы с хлоратом натрия вблизи источников тепла.

Не допускать какие-либо контакты хлората натрия и его растворов с минеральными кислотами, горючими и легковоспламеняющимися веществами (деревом, соломой, тряпьем, жирами и т. д.). Смеси продукта с горючими веществами и минеральными кислотами взрывоопасны и могут самовозгораться при повышении температуры, ударе, трении, волочении.

Все материалы, на которые случайно попал хлорат натрия, необходимо тщательно промыть водой.

Не допускать работы с хлоратом натрия в помещениях, не оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией. Работающие с хло-

ратом натрия должны быть снабжены специальной одеждой и индивидуальными средствами защиты органов дыхания и зрения.

При попадании хлората натрия и его растворов на одежду, кожные покровы и слизистые оболочки необходимо немедленно сменить одежду, продукт с кожных покровов и слизистых оболочек смыть водой с мылом или питьевой содой. При попадании продукта внутрь через пищевой тракт следует вызвать рвоту, промыть желудок и оказать врачебную помощь.

В помещениях, в которых работают с хлоратом натрия, следует проводить влажную или вакуумную уборку.

При загорании хлората натрия его следует тушить водой.

4.2. Проба для анализа

Около 3 г образца взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

4.3. Контрольный опыт

Одновременно с определением проводят контрольный опыт, применяя аналогичную методику и те же реактивы в указанных количествах, заменяя при этом испытуемый раствор 20 см³ воды.

4.4. Приготовление испытуемого раствора

Растворяют пробу для анализа в воде, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой и перемешивают.

4.5. Определение

20,0 см³ испытуемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³. Добавляют 50,0 см³ раствора сульфата железа (II), затем медленно и осторожно добавляют, охлаждая, 20 см³ раствора серной кислоты концентрации 36 моль/дм³ и 5 см³ раствора ортофосфорной кислоты. Оставляют на 10 мин при температуре окружающей среды.

Разбавляют приблизительно до 300 см³, добавляют пять капель раствора дифениламин-4-сульфоната бария и титруют титрованным раствором бихромата калия до получения фиолетовой окраски.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Метод расчета

Массовую долю хлората натрия ($NaClO_3$) в процентах вычисляют по формуле

$$(V_1-V_2)\cdot T\cdot\frac{1000}{20}\cdot\frac{100}{m}\cdot 0{,}001775=\frac{88{,}75\cdot(V_1-V_2)T}{m},$$

где V_1 — объем титрованного раствора бихромата калия, использованный при проведении контрольного опыта, см³;

V_2 — объем титрованного раствора бихромата калия, использованный при определении, $см^3$;

T — фактическая молярная концентрация титрованного раствора бихромата калия;

m — масса пробы для анализа, г;

0,001775 — масса хлората натрия, соответствующая 1 $см^3$ раствора бихромата калия, концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, г.

5.2. Сходимость и воспроизводимость результатов

Сравнительные определения, выполненные в 9 лабораториях 18 лаборантами, дают результаты, указанные в таблице.

Среднее значение, % (по массе)		99.55
Стандартное отклонение	сходимости	0.15
	воспроизводимости	0.31

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Московским научно-производственным объединением «СИНТЕЗ»

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2124
   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 3199—75 «Хлорат натрия технический. Титриметрический метод определения содержания хлората с применением бихромата» с дополнительными требованиями, *отражающими потребности народного хозяйства*

3. Срок первой проверки — 1998 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	3
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4208—72	2
ГОСТ 4220—75	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 24104—88	3
ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 25794.2—83	2

gost.e-ecolog.ru