ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРИДА

ГОСТ 29208.3—91
(ИСО 2463—73)

Издание официальное

22 р. 20 к. БЗ 10—91/1079

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.833.322.5:546.33'131.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Меркуриметрический метод определения массовой доли хлорида

Sodium chlorate for industrial use. Determination of mass fraction of chloride. Mercurimetric method

ГОСТ 29208.3—91 (ИСО 2463—73)

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает меркуриметрический метод определения массовой доли хлорида в техническом хлорате натрия с массовой долей хлорида натрия свыше 0,01% в пересчете на хлорид натрия.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на титровании иона Cl нитратом ртути (II) в присутствии дифенилкарбазона в качестве индикатора.

2. РЕАКТИВЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 68% или концентрации 14 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор концентрации 2 моль/дм³.

Хлорид натрия по ГОСТ 4233, образцовый титрованный раствор концентрации 0,1 моль/дм³.

5,8443 г хлорида натрия, предварительно прокаленного при температуре 500°С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Навеску растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой, доводят водой до метки и перемешивают.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Контрольный раствор для определения конечной точки титрования следует готовить непосредственно перед употреблением. В коническую колбу вместимостью 500 см³ наливают 20 см³ воды, добавляют 3 капли раствора бромфенолового синего и затем приливают по капле раствор азотной кислоты концентрации 2 моль/дм³ до перехода синей окраски раствора в желтую. Добавляют еще 3 капли раствора этой кислоты, 0,5 см³ раствора дифенилкарбазона и такой объем титрованного раствора нитрата ртути (II) (приливая его из бюретки), который необходим для изменения желтой окраски раствора на розовато-лиловую (приблизительно 1 капля).

Нитрат ртути (II), раствор концентрации 0,1 моль/дм³. Взвешивают (10,85±0,01) г окиси ртути (II) (HgO) и растворяют навеску в 10 см³ раствора азотной кислоты концентрации 14 моль/дм³ в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой. Раствор доводят водой до метки и перемешивают.

Для установления титра 40,0 см³ образцового раствора хлорида натрия переносят с помощью бюретки в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 160 см³ воды и 3 капли раствора бромфенолового синего. По капле добавляют раствор азотной кислоты концентрации 2 моль/дм³ до изменения синей окраски индикатора на желтую. Добавляют еще 3 капли этой кислоты и затем приливают такой же объем раствора дифенилкарбазона, какой был добавлен к контрольному раствору для определения конечной точки титрования. Титруют хлорид натрия титрованным раствором нитрата ртути (II) до тех пор, пока окраска раствора не совпадет с розовато-лиловой окраской контрольного раствора для определения конечной точки титрования. Вычитают объем раствора нитрата ртути (II), добавленный при приготовлении этого контрольного раствора (приблизительно 1 каплю). Объем, соответствующий указанной концентрации, равен 40,00 см³.

Допускается готовить и устанавливать титр раствора по ГОСТ 25794.3.

Бромфеноловый синий, раствор концентрации 1 г/дм³ в 95%-ном (по объему) этиловом спирте.

Дифенилкарбазон, раствор концентрации 5 г/дм³ в 95%-ном (по объему) этиловом спирте. Раствор хранят в холодильнике и заменяют свежеприготовленным, если он не дает четкого изменения окраски.

Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709* или вода эквивалентной чистоты.

3. АППАРАТУРА

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Лабораторная мерная посуда по ГОСТ 1770 и ГОСТ 20292.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или весы 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

4. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

4.1. Меры предосторожности

Хлорат натрия является токсичным веществом (перевобит гемоглобин крови в метагемоглобин, вызывает распад эритроцитов), сильным окислителем, самовозгорается.

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 хлоратом 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

10 г образца взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

4.3. Определение

4.3.1. *Приготовление испытуемого раствора*

Пробу для анализа переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3. Растворяют в 200 см^3 воды, добавляют 3 капли раствора бромфенолового синего, раствор азотной кислоты до перехода синей окраски раствора в желтую и затем добавляют еще 3 капли этой кислоты.

4.3.2. *Титрование*

К полученному раствору добавляют такой же объем раствора дифенилкарбазона, какой добавляли к контрольному раствору для определения конечной точки титрования, и титруют хлорид титро-

ванным раствором нитрата ртути (II) до тех пор, пока окраска раствора не совпадает с розовато-лиловатой окраской контрольного раствора, что определяет конечную точку титрования.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю хлорида в пересчете на хлорид натрия (NaCl) в процентах вычисляют по формуле

$$(V_0 - V_1) \cdot \frac{100}{m} \cdot 0{,}005844 = \frac{0{,}5844 \cdot (V_0 - V_1)}{m},$$

где V_0 — объем титрованного раствора нитрата ртути (II), использованного при титровании, см³;

V_1 — объем титрованного раствора нитрата ртути (II), использованного при приготовлении контрольного раствора для определения конечной точки титрования, см³;

m — масса пробы для анализа, г;

0,005844 — масса хлорида натрия, соответствующая 1 см³ титрованного раствора нитрата ртути (II) концентрации 0,1 моль/дм³.

Результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

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 2463—73 «Хлорат натрия технический. Меркуриметрический метод определения содержания хлорида» 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	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 20292—74	3
ГОСТ 24104—88	3
ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 25794.3—83	2

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 24.01.92 Подп. в печ. 20.02.92 Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,28. Тир. 405 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
. «Моосковский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 869

gost.e-ecolog.ru