

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЯ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЯ ДОЛИ ХЛОРАТА С ПРИМЕНЕНИЕМ БИХРОМАТА

> ГОСТ 29208.4—91 (ИСО 3199—75)

Издание официальное

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЯ

Титриметрический метод определения массовой доли хлората с применением бихромата ГОСТ 29208.4—91

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

(HCO 3199-75)

OKCTY 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 народ-

ного 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 бижромата калия в присутствии дифениламин-4-сульфоната бария в качестве индикатора.

2. PEAKTUBЫ

Ортофосфорная кислота по ГОСТ 6552, раствор с массовой до-

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) (NH₄)₂Fe (SO₄)₂·6H₂O по ГОСТ 4208 взвеши-

Издание официальное

С 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 высущенного 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.

Дифениламии-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 25536.

Посуда и приборы мерные лабораторные стеклянные по ΓOCT 1770 и ΓOCT 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 метигемоглобин, вызывает распад эриграция), сильным окислителем, самовосгорается.

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

Не допускать какие-либо контакты улората 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, не-

обходимо тщательно промыть водой.

Не допускать работы с хлоратом натрия в помещениях, не оборудованных приточно-в тяжной 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 оболожиек 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 переменивают.

4.5. Определение

20,0 см³ испытуемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³. Добавляют 50,0 см³ раствора сульфата железа (11), 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 см², добавляют пять капель раствора дифениламин-4-сульфоната бария и титруют титрованиям раствором бихромата калия до получения фиолеторой

окраски.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Метод расчета

Массовую долю хлората натрия (NaClO₃) 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;

C. 4 FOCT 29208.4-91

- V₂ объем титрованного раствора бихромата калия, использованный при определении, см³;
- Т фактическая молярная концентрация титрованного раствора бихромата калия;
- т масса пробы для анализа, г;
- 0,001775 масса хлората натрия, соответствующая 1 см³ раствора бихромата калия, концентрации точно 0,1 моль/дм³, 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 ДОКУМЕН-ТЫ

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