

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ СЕРНИСТОКИСЛЫЙ 7-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 429—76

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА)

Зам. директора **Г. В. Грязнов**
Руководители темы: **В. Г. Бруздь, И. Л. Ротенберг**
Исполнители: **Е. Н. Яковлева, Н. Д. Печникова, Л. В. Кидиярова, Г. И. Федотова**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **В. Ф. Ростунов**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 декабря 1976 г. № 2944

УДК 546.33'224-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

НАТРИЙ СЕРНИСТОКИСЛЫЙ 7-ВОДНЫЙ

Технические условия

Reagents. Sodium sulphite 7-aqueous. Specifikations

ГОСТ 429—76

Взамен ГОСТ 429—66

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 декабря 1976 г. № 2944 срок действия установлен

с 01.01. 1978 г.
до 01.01. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 7-водный сернистокислый натрий (сульфит натрия), представляющий собой бесцветные кристаллы, хорошо растворимые в воде, на воздухе легко теряет воду и окисляется.

Формула $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 252,14.

Стандарт полностью соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По физико-химическим показателям 7-водный сернистокислый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
1. 7-водный сернистокислый натрий ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$), %, не менее	98	95
2. Нерастворимые в воде вещества, %, не более	0,003	0,010

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1977

Продолжение

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
3. Кислотность	Должен выдерживать анализ по п. 3.4	
4. Щелочность (Na_2CO_3), %, не более	0,05	0,10
5. Тиосульфаты (S_2O_3), %, не более	0,02	Не нормируется
6. Хлориды (Cl), %, не более	0,005	0,010
7. Железо (Fe), %, не более	0,0005	0,0020
8. Мышьяк (As), %, не более	0,00002	0,00005
9. Тяжелые металлы (Pb), %, не более	0,0005	0,0010

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

3.2. Определение 7-водного сернистокислого натрия

Определение проводят сразу после вскрытия банки.

3.2.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Йод по ГОСТ 4159—64, 0,1 н. раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67, 25%-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, 0,1 н. раствор.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,3 г препарата быстро взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу (с притертой пробкой) вместимостью 250 мл, содержащую 50 мл раствора йода и 2,5 мл глицерина. Колбу закрывают пробкой, сразу же перемешивают до полного растворения препарата и через 5 мин быстро прибавляют 5 мл раствора соляной кислоты и оттитровывают избыток раствора йода раствором серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

Одновременно в таких же условиях титруют контрольный раствор с такими же количествами применяемых реактивов.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 7-водного сернистокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}01261 \cdot 100}{m},$$

где

V — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование контрольного раствора, мл;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, мл;

0,01261 — количество 7-водного сернистокислого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора йода, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5%.

3.3. Определение нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

3.3.2. *Проведение анализа*

50 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 500 мл и растворяют в 400 мл горячей воды. Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают раствор на кипящей водяной бане в течение 1 ч и охлаждают. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Остаток на фильтре промывают 100 мл 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 — 1,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

3.4. Определение кислотности

3.4.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 0,1 н. раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

3.4.2. *Проведение анализа*

К 15 мл воды прибавляют 3 мл раствора перекиси водорода, 1 каплю раствора метилового красного и осторожно, по каплям,— раствор едкого натра до появления желтой окраски. В полученный раствор помещают осторожно, при перемешивании, 5 г анализируемого препарата, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, перемешивают до растворения и охлаждают. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если желтая окраска раствора сохраняется в течение 5 мин. (Не допускается появление розовой окраски раствора). Раствор сохраняют для определения щелочности по п. 3.5.

3.5. Определение щелочности

3.5.1. *Проведение анализа*

Раствор, полученный по п. 3.4.2, титруют из микробюретки 0,1 н. раствором соляной кислоты (ГОСТ 3118—67) до появления красной окраски.

3.5.2. *Обработка результатов*

Массовую долю Na_2CO_3 (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}0053 \cdot 100}{m},$$

где

V — объем точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;

0,0053 — количество Na_2CO_3, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, г;

m — масса навески препарата Г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01%.

3.6. Определение тиосульфатов

3.6.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67, 25%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н. раствор.

Раствор, содержащий S_2O_3, готовят по ГОСТ 4212—76.

3.6.2. *Проведение анализа*

0,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл с притертой или резиновой пробкой, растворяют в 20 мл воды, прибавляют 1 мл раствора азотнокислого серебра и 5 мл раствора азотной

кислоты, хорошо перемешивают, плотно закрывают пробкой и оставляют в покое на 5 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг S_2O_3, 0,25 г препарата, 1 мл раствора азотнокислого серебра и 5 мл раствора азотной кислоты.

3.7. Определение хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл с меткой на 100 мл, растворяют в 10 мл воды и 1,5 мл 30%-ного раствора перекиси водорода (ГОСТ 10929—76), объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты.

20 мл полученного раствора (соответствует 0,2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

Растворы сравнения готовят с добавлением 0,3 мл 30%-ного раствора перекиси водорода.

При разногласиях в оценке содержания хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.8. Определение железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 15 мл воды, 2 мл раствора соляной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Раствор нагревают до кипения, осторожно кипятят в течение 10 мин и охлаждают. К раствору прибавляют 20 мл воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается проводить определение 2,2′-дипиридиловым или роданидным методом по ГОСТ 10555—75 и для сульфосалицилового метода заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке содержания железа анализ проводят сульфосалициловым методом фотометрически.

3.9. Определение мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 2,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, с меткой на 30 мл, содержащую 15 мл воды и 1,5 мл 30%-ного раствора перекиси водорода (ГОСТ 10929—76), и перемешивают до растворения препарата. К полученному раствору прибавляют 0,5 мл 10%-ного раствора едкого натра (ГОСТ 4328—66), нагревают до кипения, осторожно кипятят в течение 10 мин, охлаждают, доводят объем раствора до метки, переносят в колбу прибора для определения мышьяка и далее определение проводят арсиновым методом (способ 1 или 2).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумажки от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумажки от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,0005 мг As,

для препарата чистый — 0,0012 мг As

и количества соответствующих реактивов по ГОСТ 10485—75.

При разногласиях в оценке содержания мышьяка анализ проводят по способу 2.

3.10. Определение тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—71. При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, с меткой на 20 мл, прибавляют 15 мл воды, 1,5 мл концентрированной азотной кислоты х.ч. (ГОСТ 4461—67) и перемешивают до растворения препарата. Раствор нагревают до кипения, осторожно кипятят в течение 10 мин, охлаждают, нейтрализуют раствором едкого натра по лакмусовой бумаге (проба на вынос), объем раствора доводят водой до метки и далее определение проводят тиоацетамидным методом, фотометрически или визуально.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если содержание тяжелых металлов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

При необходимости в результат определения вносят поправку на содержание тяжелых металлов в количестве едкого натра, израсходованном на нейтрализацию.

При разногласиях в оценке содержания тяжелых металлов анализ заканчивают фотометрически.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Бо-1, Бо-3п, Бо-5п.

Группа фасовки: IV, V, VI не более 3000 г.

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

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие 7-водного сернистокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — шесть месяцев со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения препарат перед использованием проверяют на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 7-водный сернистокислый натрий может раздражающе действовать на слизистые оболочки и кожные покровы.

При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки, респиратор, защитные очки) и соблюдать меры личной гигиены.

6.2. В присутствии кислот 7-водный сернистокислый натрий может разлагаться с выделением сернистого газа и сероводорода.

Предельно допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны производственных помещений должны быть:

для сернистого газа 10 мг/м^3

для сероводорода 10 мг/м^3.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 14.01.77 Подп. в печ. 21.02.77 0,625 п. л. 0,48 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 62