



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

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

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

(ИСО 3199—75)**ОКСТУ 2100****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) $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ по ГОСТ 4208 взвешивают

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 бутылке 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°C 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 бутылке 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 25536.

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, самовосгорает.

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 легко воспламеняющимися веществами (дерево, 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-втяжной 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 (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;

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