



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

Р Е А К Т И В Ы

КВАСЦЫ ХРОМОКАЛИЕВЫЕ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4162—79

Издание официальное

Реактивы

КВАСЦЫ ХРОМОКАЛИЕВЫЕ

Технические условия

ГОСТ
4162—79Reagents. Chromium potassium alum.
Specifications

ОКП 26 2214 0040 05

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на хромокалиевые квасцы (калий хром (III) сульфат 12-водный), которые представляют собой темно-фиолетовые кристаллы, растворимые в воде; на воздухе выветриваются.

Формула $\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 499,40.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Хромокалиевые квасцы должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям хромокалиевые квасцы должны соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а) ОКП 26 2214 0042 03	Чистый (ч.) ОКП 26 2214 0041 04
1. Массовая доля хромокалиевых квасцов $\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, %, не менее	99	98
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,005
4. Массовая доля солей аммония (NH_4), %, не более	0,005	0,01
5. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,005	0,01
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,01	0,05
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,002	0,002
8. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	2,8—4,0	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Препарат токсичен. Предельно допустимая концентрация препарата в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) — 0,02 мг/м³ (в пересчете на CrO₃). При увеличении концентрации действует раздражающее на слизистые оболочки и кожу, вызывая изъязвления, а также поражает желудочно-кишечный тракт.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания внутри организма и на кожу.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией; анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Определение массовой доли аммонийных солей, алюминия, тяжелых металлов и pH раствора с массовой долей 5 % изготовитель проводит в каждой десятой партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200 и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы должна быть не менее 240 г.

4.2. Определение массовой доли хромокалиевых квасцов

4.2.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный, раствор концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Бюretteka 1 (2)—2—50—0,1 по НТД.

Колба Кн-1—500—24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 6 (7)—2—5 (10) по НТД.

Секундомер.

Цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770.

4.2.2. Проведение анализа

Около 0,5000 г препарата помещают в коническую колбу (с меткой на 200 см³) и растворяют в 50 см³ воды. К раствору прибавляют 10 см³ раствора гидроокиси натрия и осторожно при перемешивании 1 см³ пероксида водорода. Раствор кипятят в течение 10 мин, охлаждают, прибавляют 15 см³ раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 3 г йодистого калия, перемешивают, оставляют раствор в темном месте на 15 мин и титруют выделившийся йод раствором 5-водного серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования 0,5 см³ раствора крахма-

С. 3 ГОСТ 4162—79

ла. Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с теми же количествами йодистого калия и раствора серной кислоты. При обнаружении примесей в результат анализа вносят соответствующую поправку.

4.2.3. Обработка результатов

Массовую долю хромокалиевых квасцов (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01665 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³.

0,01665 — масса хромокалиевых квасцов, соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г,

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.2.1—4.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. Реактивы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Пипетка 6 (7)—2—5 по НТД.

Секундомер.

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий типа ТФ класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—250 или мензурука 250 по ГОСТ 1770.

4.3.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан, прибавляют 250 см³ воды, 1 см³ серной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания тигля в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на сульфат-ион (проба с раствором хлористого бария) 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 — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 35\%$ для препарата квалификации «чистый для анализа», $\pm 25\%$ — для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.4. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 15 см³ воды. Раствор нагревают до кипения, прибавляют по каплям при перемешивании раствор аммиака (ГОСТ 3760) с массовой долей 10 % до полного осаждения хрома (около 7 см³) и кипятят в присутствии кусочков неглазуренного фарфора в течение 5 мин.

Затем содержимое колбы охлаждают, перемешивают и фильтруют через плотный обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Осадок переносят на фильтр, промывают четыре раза горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) методом.

Допускается проводить определение визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,03 мг,

для препарата чистый — 0,075 мг.

При разногласии в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.3.1—4.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Определение массовой доли солей аммония

4.5.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 0,4 %; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий аммоний (NH_4^+); готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации $\text{NH}_4^+ — 0,01 \text{ mg/cm}^3$.

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 6 (7)—2—5 по НТД.

Прибор для отделения аммиака дистилляцией по ГОСТ 10671.4.

Секундомер.

Цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770.

4.5.2. Проведение анализа

0,50 г препарата помещают в колбу К-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336) прибора для отделения аммиака дистилляцией, растворяют в 44 cm^3 воды, прибавляют при перемешивании 6 cm^3 раствора гидроокиси натрия, помещают кусочки неглазированного фарфора, присоединяют колбу к прибору для отделения аммиака дистилляцией и отгоняют 25 cm^3 раствора в цилиндр, содержащий 5 cm^3 воды и 5 cm^3 раствора соляной кислоты.

Раствор переносят в коническую колбу (с меткой на 50 cm^3).

Одновременно с анализируемым готовят раствор сравнения таким же образом, в таких же условиях и содержащий в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг NH_4^+ ,

для препарата чистый — 0,05 мг NH_4^+ и 5 cm^3 раствора гидроокиси натрия.

К анализируемому раствору и раствору сравнения прибавляют одновременно при тщательном перемешивании по 1 cm^3 раствора гидроокиси натрия и по 1 cm^3 реактива Несслера. Доводят объем растворов водой до метки и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения.

4.5.1, 4.5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.6. Определение массовой доли алюминия

4.6.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,4; готовят по ГОСТ 4919.2.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Кислота аскорбиновая медицинская, раствор с массовой долей 5 %;

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: 5,00 г хлористого аммония растворяют в 90 cm^3 воды, прибавляют 5 cm^3 водного аммиака и перемешивают.

Раствор, содержащий алюминий (Al); готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации алюминия — 0,002 mg/cm^3 .

Стильбазо, индикатор, раствор с массовой долей 0,05 %; устойчив в течение 1 мес.

Воронка В-36—50 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

С. 5 ГОСТ 4162—79

Обеззоленный фильтр «синяя лента».

Пипетки 4 (5)—2—1 (2) и 6 (7)—2—5 (10) по НТД.

Пробирка П1—14—120 ХС по ГОСТ 25336.

Секундомер.

Стакан В (Н)-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Термометр ТЛ-2 № 2.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

4.6.2. Проведение анализа

0,50 г препарата помещают в стакан, растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора гидроокиси натрия и осторожно при перемешивании 1 см³ пероксида водорода. Раствор кипятят в течение 10 мин, охлаждают, прибавляют по каплям раствор серной кислоты до перехода желтой окраски раствора в оранжевую и 1 см³ избытка раствора серной кислоты. Затем раствор нагревают до 60—70 °C, прибавляют раствор аммиака с массовой долей 10 %, по каплям до перехода оранжевой окраски раствора в желтую; кипятят 1—2 мин и выдерживают 1 ч. Охлажденный раствор фильтруют через маленький обеззоленный фильтр «синяя лента». Фильтр промывают промывной жидкостью до исчезновения желтой окраски на фильтре, а затем еще несколько раз водой, отбрасывая фильтрат и промывные воды. Осадок на фильтре растворяют 0,5 см³ горячего раствора соляной кислоты, прибавляя кислоту по каплям. Фильтр промывают 20 см³ воды, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу. Затем доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного раствора (соответствует 0,02 г препарата) пипеткой помещают в пробирку, прибавляют при перемешивании 0,15 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 см³ раствора стильбазо, 0,35 см³ воды, 3 см³ буферного раствора и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 5 мин розовато-желтая окраска анализируемого раствора при наблюдении по оси пробирки на фоне молочного стекла по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг Al,

для препарата чистый — 0,002 мг Al,

0,15 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 см³ раствора стильбазо и 3 см³ буферного раствора.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение алюминия в применяемых реактивах. При обнаружении примеси в результат анализа вносят соответствующую поправку.

4.7. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555. При этом 0,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в воде. Затем доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

10 см³ полученного раствора (соответствует 0,1 препарата) прибавляют пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см³ и добавляют 10 см³ воды и далее определение проводят визуально-колориметрическим методом с извлечением органическим растворителем.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Fe,

для препарата чистый — 0,05 мг Fe,

0,3 см³ раствора азотной кислоты, 0,5 см³ раствора соляной кислоты, 4 см³ раствора роданистого аммония и 10 см³ изоамилового спирта.

4.8. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора 2-водного азотнокислой ртути (1) с массовой долей 1 % и насыщают раствор газообразным сероводородом (проба на полноту осаждения). Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента» диаметром 5,5—7 см, фильтр с осадком промывают сероводородной водой, помещают в фарфоровый тигель (ГОСТ 9147) и осторожно сжигают и прокаливают при 500—550 °C до удаления сернистой ртути. К остатку прибавляют 1 см³ концентрированной соляной кислоты (ГОСТ 3118) и 1 см³ концентрированной азотной кислоты (ГОСТ 4461) и выпаривают на

водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 20 см³ горячей воды и 1 см³ уксусной кислоты, раствор охлаждают, количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 30 см³, с притертой или резиновой пробкой), доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят сероводородным методом, не прибавляя уксусной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг Pb,

для препарата чистый — 0,02 мг Pb,

1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония и 10 см³ сероводородной воды.

Раствор 2-водный азотнокислой ртути (I), готовят следующим образом: 1,00 г 2-водной азотнокислой ртути (I) (ГОСТ 4521) растворяют в 100 см³ воды, содержащей 2,5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %.

4.9. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-1—250—24/29 ТХС (ГОСТ 25336) (с меткой на 100 см³), растворяют в 90 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), доводят объем раствора этой же водой до метки, перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 pH.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 единицы pH.

4.6.1—4.9. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—6, 2—7, 6—1, 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

Продукт, применяемый в качестве технологического сырья, расфасовывают в мешки-вкладыши из тонкой полимерной пленки, вкладываемые в металлические барабаны типа БТПБ₁-25, БТПБ₁-50 (ГОСТ 5044) массой нетто до 50 кг.

На тару наносится знак опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.3, классификационный шифр 8373).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие хромокалиевых квасцов требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, Е. Н. Яковлева, Н. Д. Печникова, Г. И. Федотова, Л. В. Кидиярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.03.79 № 1142

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4162—71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	4.2.1, 4.3.1, 4.5.1, 4.6.1	ГОСТ 4919.2—77	4.6.1
ГОСТ 3118—77	4.5.1, 4.6.1, 4.8	ГОСТ 5044—79	5.1
ГОСТ 3760—79	4.4, 4.6.1	ГОСТ 6709—72	4.2.1, 4.3.1, 4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 3773—72	4.6.1	ГОСТ 9147—80	4.8
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 10163—76	4.2.1
ГОСТ 4108—72	4.3.1	ГОСТ 10555—75	4.7
ГОСТ 4204—77	4.2.1, 4.3.1, 4.6.1	ГОСТ 10671.4—74	4.5.1
ГОСТ 4212—76	4.5.1, 4.6.1	ГОСТ 10671.7—74	4.4
ГОСТ 4232—74	4.2.1	ГОСТ 10929—76	4.2.1, 4.6.1
ГОСТ 4328—77	4.2.1, 4.5.1, 4.6.1	ГОСТ 17319—76	4.8
ГОСТ 4461—77	4.8	ГОСТ 19433—88	5.1
ГОСТ 4517—87	4.2.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.9	ГОСТ 25336—82	4.2.1, 4.3.1, 4.5.1, 4.5.2, 4.6.1
ГОСТ 4521—78	4.8	ГОСТ 25794.2—83	4.2.1
ГОСТ 4919.1—77	4.2.1	ГОСТ 27025—86	4.1a

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1989 г. (ИУС 12—89)

Редактор *М. Н. Максимова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *О. Я. Чернецова*
Компьютерная верстка *В. Н. Романовой*

Изд. лин. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.06.98. Подписано в печать 30.07.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,78.
Тираж 177 экз. С/Д 5952. Зак. 625.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезная пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов из ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138