ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ АЗОТИСТОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4144—79

Издание официальное

1 р. 60 к. БЗ 6—91

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

Редактор *С. В. Жидкова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 25.03.92 Подп. в печ. 06.05.92 Усл. печ. л. 0,625. Усл. кр.-отт. 0,625. Уч.-изд. л. 0,54. Тир. 1938 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1110

УДК 546.32'173-41 : 006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КАЛИЙ АЗОТИСТОКИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4144—79

Reagents. Potassium nitrite. Specifications

ОКП 26 2113 0010 01

Срок действия с 01.07.80
до 01.07.95

Настоящий стандарт распространяется на азотистокислый калий, представляющий собой кристаллы белого или слабо-желтого цвета, гигроскопичен, хорошо растворим в воде.

Формула KNO_2.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 85,10.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Азотистокислый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям азотистокислый калий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

★

© Издательство стандартов, 1979
© Издательство стандартов, 1992
Переиздание с изменениями

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

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2113 0013 09	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 0012 10	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 0011 00
1. Массовая доля азотистокислого калия (KNO_2), %, не менее	97,5	95,0	93,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005	0,01
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01	0,02
4. Массовая доля хлоридов, (Cl), %, не более	0,005	0,01	0,02
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0004	0,001
6. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005	0,001

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Азотистокислый калий ядовит, при попадании внутрь организма вызывает паралич сосудодвигательного центра и образование в крови метгемоглобина.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (спецодежда, респираторы, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Препарат является окислителем, способствует самовозгоранию горючих материалов. Не допускается хранение препарата с легковоспламеняющимися веществами и горючими материалами.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 260 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Определение массовой доли азотистокислого калия

4.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1—500—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 6(7)—2—10, 2(3)—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 30%, свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 4517—87.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации c ($1/5\ KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 20%.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83.

4.3.2. *Проведение анализа*

Около 2,0000 г препарата помещают в мерную колбу и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

В коническую колбу помещают из бюретки 50 см³ раствора марганцовокислого калия и прибавляют по каплям при перемешивании из пипетки 20 см³ приготовленного раствора азотистокислого калия, затем прибавляют 5 см³ раствора серной кислоты, колбу закрывают пробкой и выдерживают в течение 30 мин, периодически встряхивая колбу. Затем пробку и стенки колбы смывают 150 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора йодистого калия, быстро закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия; полученный раствор перемешивают и оставляют в покое в темном месте. Через 10 мин пробку и стенки колбы смывают водой и выделившийся йод титруют из бюретки раствором

5-водного серноватистокислого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую. Затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольное титрование таких же объемов растворов марганцовокислого калия, йодистого калия и серной кислоты.

4.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю азотистокислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}004255 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 20},$$

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

V_1 — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

0,004255 — масса азотистокислого калия, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия 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 0,2%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,6% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.3.1—4.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.4.1. *Аппаратура и реактивы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

Стакан В(Н)-1—150 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

4.4.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 50 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают на водяной бане в течение 1 ч и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают

150 см³ 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 химически чистый — 1,5 мг,

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 5,0 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±35% для препарата квалификации «химически чистый», ±25% для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±20% для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.4.1, 4.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,00 г препарата помещают в выпарительную чашку 2 (ГОСТ 9147—80), прибавляют 1,6 г хлористого аммония (ГОСТ 3773—72) и растворяют в 10 см³ воды. Раствор выпаривают досуха на водяной бане, снова растворяют в небольшом количестве воды и еще раз выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 50 см³ воды и фильтруют, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр промывают водой, промывные воды собирают в ту же колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ раствора (соответствуют 0,5 г) препарата помещают в коническую колбу и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата химически чистый — 0,025 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси сульфатов в результат анализа вносят поправку.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 0,20 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 30 см³), растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 2,5 см³ раствора азотной кислоты, осторожно нагревают и кипятят, упаривая раствор до трети первоначального объема. Затем, тщательно смывая стенки колбы водой, объем раствора доводят водой до метки и снова кипятят до трети объема. Эту операцию повторяют 2—3 раза — до полного удаления окислов азота (про-

ба с йодкрахмальной бумагой, приготовленной по ГОСТ 4517—87). Затем раствор охлаждают, доводят водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не прибавляя раствора азотной кислоты.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

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

4.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,50 г препарата помещают в выпарительную чашку 2 (ГОСТ 9147—80) прибавляют 2,0 г хлористого аммония, не содержащего железа (готовят по ГОСТ 4517—87), и растворяют в 10 см³ воды. Раствор выпаривают досуха на водяной бане, остаток растворяют в небольшом количестве воды и снова выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата химически чистый — 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,

для препарата чистый — 0,025 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

4.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 7,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³, с притертой или резиновой пробкой), прибавляют 7 г хлористого аммония (ГОСТ 3773—72) и растворяют в 50 см³ воды. Раствор осторожно нагревают и кипятят, упаривая до трети первоначального объема. Затем объем раствора доводят водой до метки и снова кипятят. Операцию кипячения повторяют 2—3 раза — до полного разложения препарата (до прекращения выделения бурых паров). Затем раствор охлаждают, доводят водой объем его до метки и далее определение проводят сероводородным методом в объеме 62 см³.

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

анного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,015 мг Pb,

для препарата чистый для анализа — 0,040 мг Pb,

для препарата чистый — 0,075 мг Pb,

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

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси тяжелых металлов в результат анализа вносят поправку.

4.5—4.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4.

Группа фасовки: III, IV, V.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс опасности 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112, серийный номер ООН 1488).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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 азотистокислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — два года со дня изготовления.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Грязнов Г. В., Манова Т. Г., Ротенберг И. Л., Ривина З. М., Кидиярова Л. В.

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.06.79 № 2146

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4144—65**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	4.3.1, 4.4.1
ГОСТ 3773—72	4.5, 4.8
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.2, 5.1
ГОСТ 4204—77	4.3.1
ГОСТ 4232—74	4.3.1
ГОСТ 4517—87	4.3.1, 4.6, 4.7
ГОСТ 4919.1—77	4.3.1
ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.4.1
ГОСТ 9147—80	4.5, 4.7
ГОСТ 10163—76	4.3.1
ГОСТ 10655—75	4.7
ГОСТ 10671.5—74	4.5
ГОСТ 10671.7—74	4.6
ГОСТ 17319—76	4.8
ГОСТ 19433—88	5.1
ГОСТ 20292—74	4.3.1
ГОСТ 20490—75	4.3.1
ГОСТ 25336—82	4.3.1, 4.4.1
ГОСТ 25794.2—83	4.3.1
ГОСТ 27025—86	4.1
ГОСТ 27068—86	4.3.1

5. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 20.09.89 № 2790

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (январь 1992 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1984 г., сентябре 1989 г. (ИУС 2—85, 12—89)