



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

РЕАКТИВЫ

**ХРОМ (III) АЗОТНОКИСЛЫЙ
9-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4471—78

Издание официальное

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

3. М. Ривина, З. М. Сульман, Л. В. Кидиярова, И. В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 12.05.78 № 1271

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4471—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	6.1	ГОСТ 9147—80	3.4.2, 3.7.1
ГОСТ 83—79	3.4, 3.7.1	ГОСТ 10163—76	3.2.1
ГОСТ 84—76	3.7.1	ГОСТ 10555—93	3.7.4
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1	ГОСТ 10671.5—74	3.4
ГОСТ 3118—77	3.4, 3.6.1	ГОСТ 10671.7—74	3.5
ГОСТ 3760—79	3.4	ГОСТ 10929—76	3.2.1
ГОСТ 3773—72	3.7.1	ГОСТ 18300—87	3.7.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 19627—74	3.7.1
ГОСТ 4160—74	3.7.1	ГОСТ 24104—88	3.1a
ГОСТ 4204—77	3.2.1	ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1, 3.10
ГОСТ 4212—76	3.6.1	ГОСТ 25664—83	3.7.1
ГОСТ 4232—74	3.2.1	ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1, 3.6.1	ГОСТ 27025—86	3.1a
ГОСТ 4461—77	3.3.1	ГОСТ 27068—86	3.2.1, 3.7.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1, 3.10	ГОСТ 29227—91	3.2.1, 3.3.1, 3.6.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3.1, 3.4, 3.6.1, 3.7.1	ГОСТ 29251—91	3.2.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1988 г. (ИУС 3—89)

Редактор Т. А. Леонова
 Технический редактор Н. С. Гришанова
 Корректор О. Я. Чернецова
 Компьютерная верстка Т. Ф. Кузнецовой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.06.98. Подписано в печать 19.08.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л 0,85.
 Тираж 157 экз. С 991. Зак. 1315.

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

Реактивы

ХРОМ (III) АЗОТНОКИСЛЫЙ 9-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ
4471—78

Reagents. Chromic (III) nitrate nonahydrate. Specifications

ОКП 26 2214 0010 00

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на 9-водный азотнокислый хром (III), который представляет собой фиолетовые кристаллы; легко растворим в воде и спирте.

Формула $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 400,15.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 9-водный азотнокислый хром (III) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 9-водный азотнокислый хром (III) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2214 0012 09	Чистый (ч.) ОКП 26 2214 0011 10
1. Массовая доля 9-водного азотнокислого хрома (III) [$\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$], %, не менее	99	98
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,020
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,010
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,003	0,010
5. Массовая доля аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,005	Не нормируется
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,005	0,010
7. (Исключен, Изм. № 1).		
8. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	2,0—3,0	2,0—3,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю нерастворимых в воде веществ и железа изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 120 г.

3.2. Определение массовой доли 9-водного азотнокислого хрома (III)

3.2.1. *Посуда, реактивы и растворы*

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 %.

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

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Бюретка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

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

Пипетки 4(5)—2—2 и 6(7)—2—10 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

3.2.2 *Проведение анализа*

Около 0,4000 г препарата помещают в коническую колбу 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, затем охлаждают, прибавляют 15 см³ раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до 200 см³, прибавляют 3 г йодистого калия, перемешивают, оставляют раствор в темном месте на 15 мин и титруют выделившийся йод из бюретки раствором 5-водного серноватистокислого натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

Одновременно в тех же условиях и с тем же количеством йодистого калия и раствора серной кислоты проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси йода в результат анализа вносят поправку.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю 9-водного азотнокислого хрома (III) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01334 \cdot 100}{m} ,$$

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

m — масса навески препарата, г.;

0,01334 — масса 9-водного азотнокислого хрома (III), соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³.

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 $P = 0,95$.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Тигель фильтрующий ТФ-ПОР 10(16) по ГОСТ 25336.

Пипетка 4(5)—2—2 по ГОСТ 29227.

Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

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

3.3.2. Проведение анализа

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 150 см³ воды, подкисленной 1 см³ раствора азотной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают в течение 1 ч на водяной бане 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 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 4 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение равное 30 % для препарата чистый для анализа и 20 % — для препарата чистый.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 35 % для препарата чистый для анализа и ± 15 % — для препарата чистый при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

3.4.1. (Исключен, Изм. № 1).

3.4.2. Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 2,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), растворяют в 35 см³ воды (по ГОСТ 6709); раствор нагревают до кипения, прибавляют при перемешивании 15 см³ раствора аммиака (по ГОСТ 3760) с массовой долей 10 % и кипятят в присутствии кусочков неглазурованного фарфора или стеклянных капилляров в течение 5 мин. Содержимое колбы охлаждают при комнатной температуре, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и дают осадку осесть. Затем фильтруют через промытый горячей водой обеззоленный фильтр «белая лента», отбрасывая первую порцию фильтрата — раствор А (раствор сохраняют для определения хлоридов).

8 см³ раствора А (соответствуют 0,4 г препарата) помещают в выпарительную чашку (по ГОСТ 9147), прибавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты (по ГОСТ 3118), 1 см³ раствора углекислого натрия (по ГОСТ 83) с массовой долей 1 %, перемешивают и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток дважды выпаривают с концентрированной соляной кислотой досуха. Сухой остаток растворяют в 25 см³ воды, фильтруют раствор через промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 100 мл и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

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

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 10 см³ раствора А, приготовленного по п. 3.4 (соответствуют 0,5 г препарата), помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 30 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом .

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

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,
для препарата чистый — 0,050 мг.

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

3.4, 3.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Определение массовой доли аммонийных солей

3.6.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328; раствор с массовой долей 20 %, не содержащий аммония; готовят по ГОСТ 4517;

Раствор, содержащий NH₄⁺; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см³ NH₄⁺.

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517.

Колба К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 2(4)—50 по ГОСТ 1770.

Прибор для отделения амиака дистилляцией.

Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

3.6.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу, растворяют в 40 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора гидроокиси натрия, перемешивают, помещают в колбу неглазурованный фарфор, быстро присоединяют колбу к прибору для отделения амиака дистилляцией и отгоняют 25 см³ раствора в цилиндр, содержащий 5 см³ воды и 5 см³ раствора соляной кислоты, прибавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ реактива Несслера, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

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 — 0,05 мг NH₄, 1 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ реактива Несслера.

3.6.1, 3.6.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7. Определение массовой доли железа

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф типа ИСП-30 или ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем. Допускается применение других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-1 или ДГ-2.

Выпрямитель кремневый типа ВАЗ 275/100.

Микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4.

Печь муфельная.

Спектропроектор типа ПС-18.

Ступки из органического стекла и агатовые.

Тигель по ГОСТ 9147.

Весы торсионные марки ВТ.

Угли графитированные для спектрального анализа ос.ч (электроды угольные) диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус; в нижнем вы сверлен цилиндрический канал диаметром 3 мм, глубиной 3 мм.

Графит порошковый особой чистоты.

Хрома окись, полученная из 9-водного азотнокислого хрома (III), содержащая минимальное количество примеси железа (основа); определяют методом добавок и учитывают при построении градуировочного графика.

Железа окись марки ос.ч 2—4 или 6—2.

Фотопластинки спектральные типа III, светочувствительностью 5—10 единиц.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

Раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий, готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 л, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

3.7.2. Подготовка к анализу

Приготовление анализируемой пробы

1,00 г препарата помещают в фарфоровый тигель и прокаливают на плитке, а затем в муфельной печи при 900 °С в течение 1 ч.

Полученную окись хрома растирают в агатовой ступке с порошковым графитом 1:2.

Приготовление образцов для построения градуировочного графика

Образцы готовят на основе окиси хрома, полученной из 9-водного азотнокислого хрома (III) прокаливанием на плитке, а затем в муфельной печи при 900 °С в течение 1 ч.

Головной образец с содержанием примеси железа 1 % готовят растиранием 0,028 г окиси железа и 1,972 г окиси хрома в ступке с этиловым спиртом в течение 1 ч, затем смесь подсушивают под инфракрасной лампой и растирают еще 30 мин без добавления спирта.

I и II образцы готовят разбавлением головного образца в 10 раз основой (1 г образца и 9 г основы).

III образец готовят разбавлением предыдущего образца в два раза.

Каждый образец растирают с порошковым графитом 1:2.

3.7.1, 3.7.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.3. Проведение анализа

Анализ проводят в дуге постоянного тока при следующих условиях:

сила тока, А	9,5
ширина щели, мм	0,012
экспозиция, с	35
высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	5

Перед съемкой спектrogramм электроды обжигают в дуге постоянного тока при силе тока 10—12 А в течение 30 с.

После обжига электродов и охлаждения в канал нижнего электрода (анода) вносят анализируемую пробу или образец для построения градуировочного графика. Навеску пробы определяют объемом канала. Зажигают дугу и снимают спектrogramму.

Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз, ставя каждый раз новую пару электродов. Щель открывают до зажигания дуги.

3.7.4. Обработка спектrogramмы и результатов

Фотопластинки со снятыми спектрами проявляют, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий примеси железа (248,3 нм) и линий сравнения (Cr — 260,3 нм или фон), пользуясь логарифмической шкалой.

Для аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS :

$$\Delta S = S_{np} - S_{cp},$$

где S_{np} — почернение линий примеси железа;

S_{cp} — почернение линий сравнения или фона.

C. 6 ГОСТ 4471—78

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$.

По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочных графиков строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, а на оси ординат — среднее арифметическое значение разности почернений $\Delta S'$.

Массовую долю примеси железа в процентах находят по графику и результат умножают на 0,2.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 25\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускается проводить определение железа по ГОСТ 10555 роданидным методом с извлечением органическим растворителем.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят спектрографическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8—3.8.4, 3.9—3.9.2. (Исключены, Изм. № 1).

3.10. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (по ГОСТ 25336), растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с аналогичными метрологическими характеристиками.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—9, 11—1 и 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI и VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат транспортируют 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 гарантирует соответствие 9-водного азотнокислого хрома (III) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 9-водный азотнокислый хром (III) — чрезвычайно опасное вещество (1-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны производственных помещений 0,01 мг/м³ в пересчете на CrO₃. При увеличении концентрации может действовать раздражающе и прижигающе на слизистые оболочки и кожу, вызывая изъязвления, а также поражать желудочно-кишечный тракт.

6.2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты, а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускается попадание препарата внутрь организма и на кожу.

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

6.1—6.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6.4. (Исключен, Изм. № 1).