



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**

Reagents Chromium potassium alum
Specifications

**ГОСТ
4162—79**

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 внутрь 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 рН 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 реактивов 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.

Бюретка 1 (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 °C 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 неглазурованного фарфора в течение 5 мин.

Затем содержимое колбы охлаждают, перемешивают и фильтруют через плотный обеззоленый 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 NH_4 — 0,01 мг/см³

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 амиака 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 амиака дистилляцией, растворяют в 44 см³ воды, прибавляют при перемешивании 6 см³ раствора гидроокиси натрия, помещают кусочки неглазированного фарфора, 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

Раствор переносят в коническую колбу (с меткой на 50 см³)

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 см³ раствора гидроокиси натрия

К анализируемому раствору и раствору сравнения прибавляют одновременно при тщательном перемешивании по 1 см³ раствора гидроокиси натрия и по 1 см³ 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

Амиак 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 см³ воды, прибавляют 5 см³ водного амиака и перемешивают

Раствор, содержащий алюминий (Al), готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации алюминия — 0,002 мг/см³

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

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 (1), готовят следующим образом: 1,00 г 2-водной азотнокислой ртути (1) (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, БТПБ-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. И. Максимова*
 Технический редактор *В. Н. Прусакова*
 Корректор *О. Я. Чернецова*
 Компьютерная верстка *В. Н. Романовой*

Изд. лиц. № 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 932 Зак 1276