ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НАТРИЯ БИХРОМАТ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2651—78

Издание официальное

Е

3 р. 50 к. БЗ 1—92

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

УДК 661.876.232 : 006.354 Группа Л17

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НАТРИЯ БИХРОМАТ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Sodium bichromate for industrial use. Specifications

ГОСТ 2651—78

ОКП 21 4613 0100

Срок действия с 01.01.80
до 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на технический бихромат натрия, предназначаемый для кожевенной, текстильной, химической промышленности, производства неорганических пигментов, катализаторов и других отраслей промышленности.

Настоящий стандарт устанавливает требования к техническому бихромату натрия, изготовляемому для нужд народного хозяйства и экспорта.

Формула $Na_2Cr_2O_7$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 261,967.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям бихромат натрия должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

★

Е

© Издательство стандартов, 1978
© Издательство стандартов, 1992
Переиздание с изменениями

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

2 Зак 1588

4.5.2. *Проведение анализа*

(15,00±0,25) г бихромата натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака), растворяют в горячей воде и фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 500 см³. Фильтр промывают горячей водой до бесцветных промывных вод. Раствор охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают. 100 см³ полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, 1 см³ индикатора и медленно титруют раствором азотнокислой ртути, наблюдая раствор на черном фоне, до появления слабой неисчезающей мути.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого 3 г двухромовокислого калия растворяют в 100 см³ воды и далее поступают так же, как при проведении анализа.

4.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{(V-V_1)\cdot 0{,}003546\cdot 500\cdot 100}{m\cdot 100},$$

где V — объем раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

0,003546 — масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,1 моль/дм³, г,

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,03%, при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

4.5.2; 4.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4.6. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

4.6.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328—82.

Мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Печь муфельная или другая, обеспечивающая нужную точность регулирования температуры.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4.6.2. *Проведение анализа*

(10,0±0,5) г бихромата натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 150 см³ воды. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают горячей водой до получения бесцветных промывных вод и сушат в муфельной печи при температуре (105±5)°С до постоянной массы.

4.6.1; 4.6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимого в воде остатка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3=\frac{m_1\cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса высушенного остатка, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,003%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7. Определение массовой доли железа

4.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 6—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328—82.

Колба мерная 1,2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—10; 4,5—1,2 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры 1,3—25; 2—50 по ГОСТ 1770—74.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой долей 10%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор, разбавленный 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор, разбавленный 1:4.

Раствор, содержащий железо (III), готовят по ГОСТ 4212—76.

Стандартный раствор должен содержать в 1 см³ 0,00005 г железа.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт.

4.7.2. *Проведение анализа*

(2,5±0,25) г бихромата натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 10 см³ полученного раствора переносят в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора серной кислоты и 5 см³ раствора азотной кислоты. Содержимое стакана перемешивают и добавляют 1 см³ этилового спирта. Раствор осторожно нагревают до полного восстановления хрома, доводят до кипения и 3 мин кипятят. После охлаждения раствор переносят в цилиндр для колориметрирования, добавляют 5 см³ роданистого аммония, 20 см³ изоамилового спирта и содержимое цилиндра перемешивают.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт, для этого приливают все те же реактивы и из бюретки стандартный раствор железа до получения одинакового окрашивания спиртового слоя с анализируемым раствором.

4.7.1; 4.7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю железа (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4=\frac{V\cdot 0,00005\cdot 100\cdot 100}{m\cdot 10},$$

где V — объем стандартного раствора железа, израсходованный на колориметрическое титрование, см³;

0,00005 — масса железа в 1 см³ стандартного раствора, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0004%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8. Определение величины pH водного раствора

4.8.1. *Аппаратура и реактивы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328—82.

Колба мерная 1,2-100—2 по ГОСТ 1770—74.

pH-метр со стеклянным электродом, с погрешностью измерения не более 0,1 pH.

Стакан стеклянный В 1,2—50 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87. Воду следует предохранять от кислых и щелочных паров.

4.8.2. *Проведение анализа*

(10,0±0,1) г бихромата натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор помещают в стакан и измеряют значение pH при комнатной температуре.

4.8.1, 4.8.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Бихромат натрия упаковывают в стальные барабаны для химической продукции типов БТIIБ$_1$—50(100) по ГОСТ 5044—79, полиэтиленовые мешки-вкладыши, вложенные в четырех-, пятислойные бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226—88 или льно-джуто-кенафные мешки по ГОСТ 18225—72, или джутовые мешки.

Масса нетто мешка — не более 50 кг.

Допускаемое отклонение по массе ±1%.

Полиэтиленовые мешки-вкладыши заваривают или завязывают. Бумажные, льно-джуто-кенафные или джутовые мешки прошивают машинным способом.

Допускается по согласованию с потребителем упаковывать бихромат натрия в мягкие специализированные контейнеры.

Барабаны с продуктом, предназначенным для экспорта, с наружной стороны должны иметь защитное лакокрасочное покрытие.

Для продукта, предназначенного для экспорта и упакованного в мешки, в качестве вкладыша применяют полиэтиленовый мешок по ГОСТ 17811—78.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153).

Кроме того, на транспортную тару наносят следующие данные, характеризующие продукцию:

наименование, сорт продукта;

номер партии;

обозначение настоящего стандарта.

При упаковке бихромата натрия в контейнеры ярлык с указанными обозначениями вкладывают в карман контейнера. Допускается наносить маркировку по трафарету несмываемой крас-

кой на боковую поверхность контейнера в соответствии с ГОСТ 14192—77.

5.3. Транспортную маркировку продукта, предназначенного для экспорта, проводят в соответствии с заказом-нарядом внешнеторгового объединения и ГОСТ 14192—77.

5.2, 5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

5.4. Бихромат натрия, отгружаемый в районы Крайнего Севера, упаковывают в соответствии с ГОСТ 15846—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.5. Бихромат натрия транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

По железной дороге упакованную продукцию транспортируют повагонными отправками.

Специализированные контейнеры транспортируют открытым подвижным составом без перегрузок в пути следования. Размещение и крепление контейнеров производят в соответствии с правилами погрузки и хранения грузов, утвержденными Министерством путей сообщения.

Упакованный в барабаны и мешки продукт транспортируют пакетами. Выбор средств скрепления пакетов по ГОСТ 21650—76. Масса и габаритные размеры пакета должны соответствовать требованиям ГОСТ 24597—81. Несущие средства пакетирования — плоские поддоны по ГОСТ 9078—84 или ГОСТ 9557—87 или специализированные поддоны.

Транспортирование бихромата натрия авиационным транспортом осуществляется в герметически закрытых стальных барабанах, масса нетто которых не должна превышать 50 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5.6. Бихромат натрия хранят в закрытых складских помещениях в таре изготовителя. Контейнеры хранят на незагрязненных открытых площадках, имеющих твердое покрытие со стоком вод и обеспечивающих работу грузовых механизмов.

Срок хранения продукта не ограничен.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

1. *Иодометрический метод определения массовой доли бихромата натрия*

1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328—82.

Колба мерная 1,2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—25; 2—2—50 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1,3—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 10%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=3{,}5$ моль/дм^3.

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

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, раствор $c\,(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)=0{,}1$ моль/дм^3. Коэффициент поправки устанавливают бихромату калия.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2. *Проведение анализа*

20 см^3 раствора, полученного, как указано в п. 4.3.2 настоящего стандарта, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 15 см^3 раствора серной кислоты, 8 см^3 йодистого калия и, накрыв колбу часовым стеклом, оставляют в темном месте на 10 мин. Затем приливают 100 см^3 воды и выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала (крахмал добавляют в конце титрования, когда раствор окрашен в слабо-желтый цвет) до исчезновения синей окраски раствора.

1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю бихромата натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(V-V_1)\cdot 0{,}004365\cdot 500\cdot 100}{m\cdot 20},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

0,004365 — масса бихромата натрия, соответствующая 1 см^3 точно 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

Для пересчета на CrO_3 массовую долю бихромата натрия (X) умножают на коэффициент 0,763.

(Введено дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. И. Баянова, Е. М. Башкирова, Б. С. Решетников, Т. Х. Пирская

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 20.09.78 № 2538

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 2651—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 12.1.005—88	2.7
ГОСТ 12.1.007—76	2.1
ГОСТ 12.3.009—76	2.8
ГОСТ 12.4.013—85	2.7
ГОСТ 12.4.021—75	2.7
ГОСТ 12.4.034—85	2.7
ГОСТ 12.4.103—83	2.7
ГОСТ 83—79	4.3.1
ГОСТ 1770—74	4.3.1, 4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1
ГОСТ 2226—88	5.1
ГОСТ 3118—77	4.4.1
ГОСТ 4108—72	4.4.1
ГОСТ 4204—77	4.3.1, 4.4.1, 4.7.1, приложение
ГОСТ 4208—72	4.3.1
ГОСТ 4212—76	4.7.1
ГОСТ 4220—75	4.3.1, 4.5.1
ГОСТ 4232—74	Приложение
ГОСТ 4461—77	4.5.1, 4.7.1
ГОСТ 4517—87	4.8.1
ГОСТ 4520—78	4.5.1
ГОСТ 4919.1—77	Приложение
ГОСТ 5044—79	5.1
ГОСТ 5830—79	4.7.1
ГОСТ 6552—80	4.3.1
ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, приложение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 7328—82	4.3.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, приложение
ГОСТ 9078—84	5.5
ГОСТ 9557—87	5.5
ГОСТ 10163—76	Приложение
ГОСТ 14192—77	5.2, 5.3
ГОСТ 15846—79	5.4
ГОСТ 18225—72	5.1
ГОСТ 18300—87	4.7.1
ГОСТ 19433—88	3.1, 5.2
ГОСТ 20292—74	4.3.1, 4.4.1, 4.5.1, 4.7.1
ГОСТ 21650—76	5.5
ГОСТ 24104—88	4.3.1, 4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.8.1, приложение
ГОСТ 24597—81	5.5
ГОСТ 25336—82	4.6.1, 4.8.1
ГОСТ 25794.2—83	4.3.1
ГОСТ 27067—86	4.7.1
ГОСТ 27068—86	Приложение

6. Срок действия продлен до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 23.03.89 № 634

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1992 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июне 1984 г., Пост. № 2310 от 29.06.84, сентябре 1987 г., марте 1989 г. [ИУС 10—84, 12—87, 6—89]

Редактор *Н. П. Щулина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Т. А. Васильева*

Сдано в наб. 02.07.92 Подп. в печ. 26.08.92 Усл. печ. л. 1,25. Усл. кр.-отт. 1,25. Уч.-изд. л. 1,18.
Тираж 1100 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1588

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт	Первый сорт
	ОКП 21 4613 0120	ОКП 21 4613 0130
1. Внешний вид	Неслеживающиеся кристаллы от светло-оранжевого до темно-красного цвета	
2. Массовая доля бихромата натрия ($Na_2Cr_2O_7$), %, не менее	98,9	98,2
в пересчете на хромовый ангидрид (CrO_3), %, не менее	75,5	75,0
3. Массовая доля сульфатов в пересчете на SO_4, %, не более	0,1	0,2
4. Массовая доля хлоридов в пересчете на Cl, %, не более	0,2	0,4
5. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	0,01	0,02
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,003
7. pH водного раствора	Не ниже 3,5	

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Технический бихромат натрия пожаро- и взрывобезопасен, токсичен. По степени воздействия на организм человека бихромат натрия относится к вредным веществам 1-го класса опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007—76.

2.2. Аэрозоль и пыль соединений шестивалентного хрома, поступающие в организм, могут вызвать тяжелые отравления.

При длительном воздействии на организм человека соединения шестивалентного хрома оказывают общетоксическое действие, вызывая заболевание органов дыхания, желудочно-кишечного тракта и кожи.

Соединения шестивалентного хрома действуют раздражающе на кожу и слизистые оболочки глаз и носа, вызывая их изъязвление, а при вдыхании — прободение хрящевой части носовой перегородки. Попадание соединений шестивалентного хрома на поврежденную кожу ведет к образованию трудно заживающих язв.

2.3. Предельно допустимая концентрация бихромата натрия в пересчете на CrO_3:

в воздухе рабочей зоны — 0,01 мг/м^3;

в атмосферном воздухе населенных мест — 0,0015 мг/м^3;

в воде водоемов санитарно-

бытового пользования в
пересчете на Cr (VI) — 0,1 мг/дм³.

2.4. Определение шестивалентного хрома в воде осуществляют фотоколориметрическим методом, основанным на взаимодействии шестивалентного хрома с дифенилкарбазидом в кислой среде с образованием комплекса красно-фиолетового цвета.

Определение содержания бихроматов в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с методиками, утвержденными Минздравом СССР.

2.5. В воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ или факторов бихромат натрия токсичных веществ не образует.

2.6. Воздух, содержащий пыль и аэрозоль бихромата натрия, перед выбросом в атмосферу подвергается сухой или мокрой очистке до установленных норм предельно допустимых концентраций.

Сточные воды, образующиеся в результате сливов, влажной уборки и очистки воздуха, подлежат обезвреживанию и далее направляются в промышленную канализацию. Сброс сточных вод в общую систему очистки сточных вод должен осуществляться в соответствии с инструкцией по приему стоков в городскую канализацию.

2.7. В целях коллективной защиты должна быть предусмотрена герметизация оборудования и коммуникаций.

Производственные и лабораторные помещения, в которых проводится работа с бихроматом натрия, должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021—75, обеспечивающей состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88.

В производственных помещениях обязательно должна проводиться вакуумная или мокрая уборка пыли. Места возможного пыления бихромата натрия должны быть снабжены местной вытяжной вентиляцией.

Для защиты органов дыхания должны применяться респираторы типов ШБ-1 «Лепесток-200» и У-2К по ГОСТ 12.4.034—85; для защиты лица и глаз — защитные очки по ГОСТ 12.4.003—85. Работающие с бихроматом натрия должны обеспечиваться специальной одеждой, специальной обувью и средствами защиты рук по ГОСТ 12.4.013—85.

Кожный покров и слизистые оболочки носа для предотвращения поражения перед работой должны быть защищены.

2.8. Анализ бихромата натрия должен выполняться с соблюдением основных правил безопасной работы в химических лабораториях, утвержденных в установленном порядке.

При погрузке и разгрузке бихромата натрия должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ 12.3.009—76.

2.9. При работе с бихроматом натрия необходимо соблюдать правила безопасности при производстве хромовых соединений, утвержденные в установленном порядке.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Бихромат натрия технический принимают партиями. За партию принимают продукт одного сорта, однородный по своим показателям качества, изготовленный за ограниченный период времени, но не более чем за одну смену, и сопровождаемый одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование, сорт продукта и группу упаковки;

номер партии;

массу нетто;

количество упаковочных единиц, входящих в партию;

результаты проведенных анализов или подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;

подтверждение о нанесении на упаковку знака опасности по ГОСТ 19433—88;

обозначение настоящего стандарта.

3.2. Для контроля качества бихромата натрия, упакованного в барабаны и мешки, отбирают 3% упаковочных единиц, но не менее двух при партии менее 60 единиц.

Для контроля качества бихромата натрия, упакованного в контейнеры, количество упаковочных единиц отбирается в зависимости от числа контейнеров в партии:

от	2	до 10	контейнеров	- 2	единицы
св.	10	» 30	»	— 3	»
св.	30	» 50	»	— 4	»
св.	50	»	»	- 5	»

Для проверки качества бихромата натрия, находящегося в движении, пробы отбирают через равные интервалы времени механическим пробоотборником для отбора точечных проб массой 0,5 кг от каждых 3—5 т продукта при погрузке (выгрузке), установленным на потоке в местах перепада продукта.

3.1; 3.2 **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы одному из показателей по нему проводят повторный анализ на удвоенной выборке от той же партии

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Массовую долю нерастворимого в воде остатка, железа и pH водного раствора бихромата натрия изготовитель определяет периодически в каждой двадцатой партии.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. При отборе проб упаковочные единицы, отобранные для контроля, должны быть перед вскрытием тщательно очищены снаружи во избежание засорения продукта (попадание пыли и т. п.).

(Измененная редакция, Изм. № 1)

4.1.2. Точечные пробы бихромата натрия отбирают из любых точек массы пробоотборником любой конструкции, погружая его по вертикали на глубину не менее 20 см от поверхности.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,2 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.1.3. Отобранные точечные пробы соединяют, тщательно перемешивают и получают объединенную пробу, из которой методом квартования получают среднюю пробу продукта массой не менее 0,5 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.1.4. Среднюю пробу помещают в чистую сухую плотно закрываемую банку или полиэтиленовый мешочек, который завязывают.

На банку или мешочек наносят следующие обозначения: наименование предприятия-изготовителя, наименование продукта, номер партии, дату отбора пробы и надпись «Токсичен».

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. Внешний вид продукта определяют визуально.

4.3. Определение массовой доли бихромата натрия

4.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири 2-го класса точности по ГОСТ 7328—82.

Колба мерная 1,2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Мензурка 250 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—25; 2—2—50; 4,5—2—1,2 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1,3—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75 (перекристаллизованный и высушенный при 150°С), раствор концентрации

c (1/6 $K_2Cr_2O_7$) = 0,15 моль/дм³ (0,15 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор, разбавленный 1 : 4.

Кислота фенилантраниловая (индикатор), готовят растворением 0,2 г препарата в 100 см³ раствора углекислого натрия.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор с массовой долей 0,2%.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор c ($(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$)) = = 0,2 моль/дм³.

Коэффициент поправки раствора соли Мора устанавливают ежедневно, для этого 50 см³ раствора двухромовокислого калия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 150 см³ воды, 15 см³ серной кислоты, 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ индикатора и титруют раствором соли Мора до перехода фиолетово-вишневой окраски в зеленую.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.3.2. *Проведение анализа*

(5,00±0,25) г бихромата натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака) и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 25 см³ полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до 200 см³, прибавляют 15 см³ серной кислоты, 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ индикатора и титруют раствором соли Мора до перехода фиолетово-вишневой окраски в зеленую.

4.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю бихромата натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00873 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V — объем раствора соли Мора концентрации точно 0,2 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,00873 — масса бихромата натрия, соответствующая 1 см³ раствора соли Мора концентрации точно 0,2 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

Результат округляют до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемая абсолютная погрешность результата измерения не превышает 0,5%.

Для пересчета на CrO_3 массовую долю бихромата натрия (X) умножают на коэффициент 0,763.

Определение массовой доли бихромата натрия может быть проведено также йодометрическим методом (см. рекомендуемое приложение).

При разногласии в оценке массовой доли бихромата натрия применяют метод, приведенный в настоящем стандарте.

4.3.2; 4.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

4.4. Определение массовой доли сульфатов в пересчете на SO_4

4.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные аналитические с диапазоном взвешивания от 200 мг до 500 г по ГОСТ 24104—88, класс 4.

Колбы мерные 1,2—500 (1000) — 2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—5 (50) по ГОСТ 20292—74.

Секундомер.

Фильтр «беззольный» синяя лента.

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2, готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации, устанавливают светофильтр с $\lambda = 590$ нм и чувствительностью 3 по красной шкале или типа ФЭК — 56М, устанавливают желтый светофильтр с $\lambda = 582$ нм, используют кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой долей 30% на растворе соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 готовят следующим образом: 300 г хлористого бария помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в растворе соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, доводят этой же кислотой до метки и перемешивают. Полученный раствор переносят в сухую коническую колбу, нагревают до кипения и выдерживают 24 ч. Затем два раза фильтруют через двойной фильтр «синяя лента». Раствор перед применением тщательно перемешивают.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, «стандарт — титр», раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.) в растворе соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3; готовят следующим образом: «стандарт—титр» серной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 и перемешивают. 50 см^3 раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 и перемешивают — раствор А. 1 см^3 раствора А содержит 0,48 мг SO_4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор c (HCl) = 0,1 и 1 моль/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.4.2. *Подготовка к анализу*

4.4.2.1. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы. Для этого в мерные колбы вместимостью 500 см^3 отмеривают из бюретки 10,0; 15,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0 см^3 раствора А, что соответствует 4,8; 7,2; 9,6; 14,4; 19,2; 24,0 мг SO_4, доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 и перемешивают.

При работе на КФК-2 в световой пучок прибора помещают кювету со стандартным раствором, налитым точно до риски, закрывают крышку кюветного отделения и ручками «чувствительность» и «установка 100» («грубо» и «точно») устанавливают отсчет 100 по шкале колориметра. Открывают крышку кюветного отделения и в центр кюветы приливают из пипетки, положение которой строго фиксировано, 5 см^3 раствора хлористого бария. С момента начала приливания хлористого бария включают секундомер. Затем, периодически закрывая крышку кюветного отделения, наблюдают за положением стрелки микроамперметра. При достижении плотности $D = 0,1$, секундомер выключают и отмечают время в секундах.

При работе на ФЭК-56 М в правый световой пучок прибора помещают кювету в 10 см^3 стандартного раствора, в левый — кювету с водой, включают фотоэлемент и устанавливают оптическое равновесие при оптической плотности на правом барабане $D = 0,1$. Выключают фотоэлемент, на правом барабане устанавливают оптическую плотность $D = 0$.

После этого в центр правой кюветы приливают 5 см^3 раствора хлористого бария из пипетки, положение которой строго фиксировано. С момента начала приливания хлористого бария включают секундомер, далее, периодически включая фотоэлемент, наблюдают за положением стрелки гальванометра. При достижении нулевого положения стрелки секундомер выключают и отмечают время в секундах.

По полученным значениям времени строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс — lg C (мг SO_4 в 500 см^3 раствора), на оси ординат — lg t (время в секундах).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.3. *Проведение анализа*

(10,00±0,25) г бихромата натрия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака), переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в растворе соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3, объем раствора доводят этой же кислотой до метки и перемешивают.

При проведении анализа на КФК-2 полученный раствор наливают в кювету точно до риски, помещают кювету в световой пучок, закрывают крышку кюветного отделения. При работе на ФЭК-56М в правый световой пучок прибора помещают кювету с полученным раствором, налитым точно до риски, в левый помещают к цвету с дистиллированной водой.

Затем измеряют время (t) достижения заданной оптической плотности с момента начала приливания раствора хлористого бария так, как и при построении градуировочного графика по п. 4.4 2.1.

По полученным данным, пользуясь градуировочным графиком, определяют массу сульфата в анализируемой пробе.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.4.4. *Обработка результатов*

Массовую долю сульфатов (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса SO_4 в 500 см³ раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,03%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Определение массовой доли хлоридов в пересчете на Cl

4.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 6—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74.

Весы аналитические с диапазоном взвешивания от 200 мг до 500 г по ГОСТ 24104—88, класс 4.

Колба мерная 1,2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Мензурка 100 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—100, 4,5—2—1,2 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1,3—10 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрий нитропруссидный (индикатор), раствор с массовой долей 10%.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520—78, раствор концентрации c ($1/2\ Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).