ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

# ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

## ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРАТА С ПРИМЕНЕНИЕМ БИХРОМАТА

## ГОСТ 29208.4—91
## (ИСО 3199—75)

Издание официальное

БЗ 10—91/1080

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

УДК 661.833.322.5:546.131.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

**Титриметрический метод определения массовой доли хлората с применением бихромата**

Sodium chlorate for industrial use. Determination of chlorate mass fraction. Dichromate titrimetric method

**ГОСТ 29208.4—91**

**(ИСО 3199—75)**

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения массовой доли хлората с применением бихромата в техническом хлорате натрия.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

## 1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на восстановлении хлората натрия известным избыточным количеством двухвалентной соли железа и титровании избытка двухвалентной соли железа титрованным раствором бихромата калия в присутствии дифениламин-4-сульфоната бария в качестве индикатора.

## 2. РЕАКТИВЫ

Ортофосфорная кислота по ГОСТ 6552, раствор с массовой долей приблизительно 85%.

Серная кислота по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей приблизительно 96% или концентрации приблизительно 36 моль/дм³.

Серная кислота по ГОСТ 4204, раствор концентрации приблизительно 18 моль/дм³.

Сульфат железа (II), раствор концентрации приблизительно 0,1 моль/дм³.

39,2 гексагидрата двойной соли сернокислого аммония и сернокислого железа (II) $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ по ГОСТ 4208 взвеши-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

вают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 500 см³ воды, медленно добавляют 40 см³ раствора серной кислоты концентрации 18 моль/дм³, охлаждают, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой и перемешивают. Раствор хранят в стеклянной бутыли с притертой стеклянной пробкой.

Бихромат калия, титрованный раствор концентрации 0,1 моль/дм³. Взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г 4,903 г бихромата калия по ГОСТ 4220 предварительно высушенного при температуре около 200°С приблизительно в течение 16 ч и охлажденного в эксикаторе. Растворяют в воде, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой и перемешивают. Раствор хранят в стеклянной бутыли с притертой стеклянной пробкой.

*Допускается готовить и устанавливать титр раствора по ГОСТ 25794.2.*

Дифениламин-4-сульфонат бария, раствор массовой концентрации 4 г/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

## 3. АППАРАТУРА

*Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.*

*Посуда и приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 1770 и ГОСТ 20292.*

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

## 4. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

4.1. Меры предосторожности

*Хлорат натрия является токсичным веществом (переводит гемоглобин крови в метгемоглобин, вызывает распад эритроцитов), сильным окислителем, самовосгорается.*

Не допускать хранения и работы с хлоратом натрия вблизи источников тепла.

Не допускать какие-либо контакты хлората натрия и его растворов с минеральными кислотами, горючими и легковоспламеняющимися веществами (деревом, соломой, тряпьем, жирами и т. д.). Смеси продукта с горючими веществами и минеральными кислотами взрывоопасны и могут самовозгораться при повышении температуры, ударе, трении, волочении.

Все материалы, на которые случайно попал хлорат натрия, необходимо тщательно промыть водой.

*Не допускать работы с хлоратом натрия в помещениях, не оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией. Работающие с хло-*

*ратом натрия должны быть снабжены специальной одеждой и индивидуальными средствами защиты органов дыхания и зрения.*

*При попадании хлората натрия и его растворов на одежду, кожные покровы и слизистые оболочки необходимо немедленно сменить одежду, продукт с кожных покровов и слизистых оболочек смыть водой с мылом или питьевой содой. При попадании продукта внутрь через пищевой тракт следует вызвать рвоту, промыть желудок и оказать врачебную помощь.*

*В помещениях, в которых работают с хлоратом натрия, следует проводить влажную или вакуумную уборку.*

*При загорании хлората натрия его следует тушить водой.*

4.2. Проба для анализа

Около 3 г образца взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

4.3. Контрольный опыт

Одновременно с определением проводят контрольный опыт, применяя аналогичную методику и те же реактивы в указанных количествах, заменяя при этом испытуемый раствор 20 см³ воды.

4.4. Приготовление испытуемого раствора

Растворяют пробу для анализа в воде, разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой и перемешивают.

4.5. Определение

20,0 см³ испытуемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³. Добавляют 50,0 см³ раствора сульфата железа (II), затем медленно и осторожно добавляют, охлаждая, 20 см³ раствора серной кислоты концентрации 36 моль/дм³ и 5 см³ раствора ортофосфорной кислоты. Оставляют на 10 мин при температуре окружающей среды.

Разбавляют приблизительно до 300 см³, добавляют пять капель раствора дифениламин-4-сульфоната бария и титруют титрованным раствором бихромата калия до получения фиолетовой окраски.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Метод расчета

Массовую долю хлората натрия ($NaClO_3$) в процентах вычисляют по формуле

$$(V_1-V_2)\cdot T\cdot\frac{1000}{20}\cdot\frac{100}{m}\cdot 0{,}001775=\frac{88{,}75\cdot(V_1-V_2)T}{m},$$

где $V_1$ — объем титрованного раствора бихромата калия, использованный при проведении контрольного опыта, см³;

$V_2$ — объем титрованного раствора бихромата калия, использованный при определении, см³;

$T$ — фактическая молярная концентрация титрованного раствора бихромата калия;

$m$ — масса пробы для анализа, г;

0,001775 — масса хлората натрия, соответствующая 1 см³ раствора бихромата калия, концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

5.2. Сходимость и воспроизводимость результатов

Сравнительные определения, выполненные в 9 лабораториях 18 лаборантами, дают результаты, указанные в таблице.

| | | |
|---|---|---|
| Среднее значение, % (по массе) | | 99.55 |
| Стандартное отклонение | сходимости | 0.15 |
| | воспроизводимости | 0.31 |

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Московским научно-производственным объединением «СИНТЕЗ»

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2124

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 3199—75 «Хлорат натрия технический. Титриметрический метод определения содержания хлората с применением бихромата» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. Срок первой проверки — 1998 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|
| ГОСТ 1770—74 | 3 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 |
| ГОСТ 4208—72 | 2 |
| ГОСТ 4220—75 | 2 |
| ГОСТ 6552—80 | 2 |
| ГОСТ 6709—72 | 2 |
| ГОСТ 20292—74 | 2 |
| ГОСТ 24104—88 | 3 |
| ГОСТ 25336—82 | 3 |
| ГОСТ 25794.2—83 | 2 |