



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

РЕАКТИВЫ

**КАЛИЙ НАДСЕРНОКИСЛЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4146—74

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

Реактивы

## КАЛИЙ НАДСЕРНОКИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents.  
Potassium persulphate.  
SpecificationsГОСТ  
4146-74

ОКП 26 2113 0720 00

Срок действия

с 01.07.75

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на надсернистый калий, который представляет собой белый кристаллический порошок, растворимый в воде.

Формула:  $K_2S_2O_8$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 270,29.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям надсернистый калий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Значение	
	Чистый для анализа (ч. д. я.) ОКП 26 2113 0722 09	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 0721 10
1. Массовая доля надсернистого калия ( $K_2S_2O_8$ ), %, не менее	99,5	98,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,010
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,005	0,020
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010
6. Массовая доля марганца (Mn), %, не более	0,0001	0,0005
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,001	0,005

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

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При выполнении операций взвешивания используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—80 2 или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.  
(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 270 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Определение массовой доли надсернистого калия

3.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации  $c$  ( $1/5 \text{ KMnO}_4$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации  $c$  ( $1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$ ) = 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83 и раствор с массовой долей 20%.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора), раствор концентрации  $c$   $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) в растворе серной кислоты концентрации  $c$  ( $1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$ ) = 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

### 3.2.2. Проведение анализа

Около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 40 см<sup>3</sup> раствора соли Мора, 0,5 г углекислого натрия, 15 см раствора серной кислоты с массовой долей 20% и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия до появления исчезающей розовой окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт в условиях определения с теми же количествами реактивов.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

### 3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю надсернокислого калия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,01352 \cdot 100}{m}$$

где  $V$  — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса препарата, г;

0,01352 — масса надсернокислого калия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> марганцовокислого калия концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать значения допускаемого расхождения, равного 0,2%, при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

## 3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

### 3.3.1. Аппаратура и реактивы

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

### 3.3.2. Проведение анализа

30,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 300 см<sup>3</sup> горячей воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> 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 — 0,9 мг,

для препарата чистый — 3 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.4. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4—74 фотометрическим или визуально-колориметрическим методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 0,25 г растертого в порошок препарата помещают в круглодонную колбу К-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336—82), растворяют в 45 см<sup>3</sup> воды и далее определение проводят по ГОСТ 10671.4—74.

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

для препарата чистый для анализа — 0,012 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота определение проводят фотометрическим методом.

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

3.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 см<sup>3</sup>.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82, растворяют в 37 см<sup>3</sup> воды, и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%.

К фильтрату прибавляют 1 см<sup>3</sup> этилового ректифицированного спирта (ГОСТ 18300—87, высший сорт), тщательно перемешивают и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7—74.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Cl,

для препарата чистый — 0,05 мг Cl,

1 см<sup>3</sup> спирта и те же объемы реактивов.

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

3.6. Определение массы железа проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1,00 г препарата помещают в фарфоровую чашку, прибавляют 5 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане. Остаток растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> воды и 0,2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (с меткой на 50 см<sup>3</sup>) и далее определение проводят по ГОСТ 10555—75 без добавления раствора соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,010 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массы железа определение проводят фотометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. 1, 2).

3.7. Определение массовой доли марганца

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Пипетка 4—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Пробирка П4—25—14/23 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Чашка выпарительная 3 по ГОСТ 9147—80.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, х. ч.

Раствор, содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> марганца; готовят по ГОСТ 4212—76.

Серебро азотнокислородное по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 840 см<sup>3</sup> воды прибавляют, перемешивая, 100 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 70 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты; смесь кипятят в течение 10 мин и охлаждают.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в чашку, смачивают 0,5 см<sup>3</sup> воды, выпаривают досуха на водяной бане, а затем на песчаной — до полного разложения препарата (до удаления паров серной кислоты). Остаток растворяют в 15 см<sup>3</sup> горячей (70—80°C) смеси кислот, переносят в пробирку, прибавляют 0,1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 1 г надсерниокислого аммония, перемешивают и нагревают в стакане с горячей водой (80—90°C) в течение 10 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая после охлаждения по оси пробирки окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым в тех же условиях и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг Мп,

для препарата чистый — 0,0050 мг Мп,

15 см<sup>3</sup> смеси кислот, 0,1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и 1 г надсерниокислого аммония.

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

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319—76 тиаоацетамидным методом.

При этом 0,50 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), прибавляют 5 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) с массовой долей 25% и упаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> воды и 0,2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25%. Раствор переносят в коническую колбу или пробирку, нейтрализуют раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге до рН 7 и далее определение проводят по ГОСТ 17319—76 фотометрически или визуально.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на фоне молочного стекла в проходящем свете окраска анализируемого раствора через 10 мин не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг Рь,

для препарата чистый — 0,025 мг Рь,

1 см<sup>3</sup> раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и 1 см<sup>3</sup> раствора тиаоацетамида.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят фотометрическим методом.

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

#### 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Продукт упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2—1, 2—4.

Группа фасовки: III, IV, V, VI.  
(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. Продукт перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Транспортную тару маркируют по ГОСТ 14192—77.

4.4. Продукт хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях.

### 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие надсернистого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

### 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Надсернистый калий может вызывать аллергические заболевания, дерматиты, бронхиальную астму.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки) от попадания препарата на кожные покровы, слизистые оболочки и проникновения в органы дыхания и пищеварения, а также соблюдать меры личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной механической вентиляцией; испытание препарата в лабораториях следует проводить в вытяжном шкафу.



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

## ИСПОЛНИТЕЛИ

И. Г. Бойко, В. Г. Брудзь, И. Г. Гах, Г. В. Грязнов, Т. И. Воронич, В. Н. Смородинская, Л. В. Кидинарова, М. Б. Недув, Е. Н. Овчинникова, И. Л. Ротенберг,

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.04.74 № 852

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 4146—65

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.2.1
ГОСТ 1277—75	3.7.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.7.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1
ГОСТ 4207—75	3.2.1
ГОСТ 4212—76	3.7.1
ГОСТ 4461—77	3.7.1
ГОСТ 6552—80	3.7.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.3.1
ГОСТ 9147—80	3.7.1
ГОСТ 10555—75	3.6
ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 17319—76	3.5, 3.8
ГОСТ 18300—87	3.5
ГОСТ 20292—74	3.2.1, 3.7.1
ГОСТ 20478—75	3.7.1
ГОСТ 23932—79	3.3.1
ГОСТ 24104—80	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.5, 3.7.1
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1
ГОСТ 25794.2—83	3.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

## 5. ПЕРЕИЗДАНИЕ [ноябрь 1987 г.] с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1975 г., ноябре 1979 г., июле 1987 г. [ИУС 8—75, 12—79, 12—87]

## 6. Срок действия продлен до 01.07.93 Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.07.87 № 3136

Редактор *Л. Д. Курочкина*  
Технический редактор *Э. В. Мигяй*  
Корректор *М. М. Герасименко*

— Сдано в наб. 12.01.88 Подл. в печ. 08.02.88 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,50 уч.-изд. л.  
Тираж 5000 Цена 3 коп.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,  
Новопесенский пер., д. 3.

Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Дарюс и Гирено, 39. Зак. 385.