



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ
МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРИДА

ГОСТ 29208.3—91
(ИСО 2463—73)

Издание официальное

22 р. 20 к. БЗ 10 --91/1079

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

ХЛОРАТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ**Меркуриметрический метод определения
массовой доли хлорида**Sodium chlorate for industrial use. Determination
of mass fraction of chloride. Mercurimetric method**ГОСТ****29208.3—91****(ИСО 2463—73)**

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает меркуриметрический метод определения массовой доли хлорида в техническом хлорате натрия с массовой долей хлорида натрия свыше 0,01% в пересчете на хлорид натрия.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на титровании иона Cl^- нитратом ртути (II) в присутствии дифенилкарбазона в качестве индикатора.

2. РЕАКТИВЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 68% или концентрации 14 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор концентрации 2 моль/дм³.

Хлорид натрия по ГОСТ 4233, образцовый титрованный раствор концентрации 0,1 моль/дм³.

5,8443 г хлорида натрия, предварительно прокаленного при температуре 500°C в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Навеску растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой, доводят водой до метки и перемешивают.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Контрольный раствор для определения конечной точки титрования следует готовить непосредственно перед употреблением. В коническую колбу вместимостью 500 см³ наливают 20 см³ воды, добавляют 3 капли раствора бромфенолового синего и затем приливают по капле раствор азотной кислоты концентрации 2 моль/дм³ до перехода синей окраски раствора в желтую. Добавляют еще 3 капли раствора этой кислоты, 0,5 см³ раствора дифенилкарбазона и такой объем титрованного раствора нитрата ртути (II) (приливая его из бюретки), который необходим для изменения желтой окраски раствора на розовато-лиловую (приблизительно 1 капля).

Нитрат ртути (II), раствор концентрации 0,1 моль/дм³. Взвешивают (10,85 ± 0,01) г окиси ртути (II) (HgO) и растворяют на веску в 10 см³ раствора азотной кислоты концентрации 14 моль/дм³ в мерной колбе вместимостью 1000 см³ с одной меткой. Раствор доводят водой до метки и перемешивают.

Для установления титра 40,0 см³ образцового раствора хлорида натрия переносят с помощью бюретки в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 160 см³ воды и 3 капли раствора бромфенолового синего. По капле добавляют раствор азотной кислоты концентрации 2 моль/дм³ до изменения синей окраски индикатора на желтую. Добавляют еще 3 капли этой кислоты и затем приливают такой же объем раствора дифенилкарбазона, какой был добавлен к контрольному раствору для определения конечной точки титрования. Титруют хлорид натрия титрованным раствором нитрата ртути (II) до тех пор, пока окраска раствора не совпадет с розовато-лиловой окраской контрольного раствора для определения конечной точки титрования. Вычитают объем раствора нитрата ртути (II), добавленный при приготовлении этого контрольного раствора (приблизительно 1 каплю). Объем, соответствующий указанной концентрации, равен 40,00 см³.

Допускается готовить и устанавливать титр раствора по ГОСТ 25794.3.

Бромфеноловый синий, раствор концентрации 1 г/дм³ в 95%-ном (по объему) этиловом спирте.

Дифенилкарбазон, раствор концентрации 5 г/дм³ в 95%-ном (по объему) этиловом спирте. Раствор хранят в холодильнике и заменяют свежеприготовленным, если он не дает четкого изменения окраски.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

3. АППАРАТУРА

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Лабораторная мерная посуда по ГОСТ 1770 и ГОСТ 20292.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или весы 3-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

4. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

4.1. Меры предосторожности

Хлорат натрия является токсичным веществом (переводит гемоглобин крови в метагемоглобин, вызывает распад эритроцитов), сильным окислителем, самовозгорается.

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 хлоратом 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

10 г образца взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

4.3. Определение

4.3.1. Приготовление испытуемого раствора

Пробу для анализа переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³. Растворяют в 200 см³ воды, добавляют 3 капли раствора бромфенолового синего, раствор азотной кислоты до перехода синей окраски раствора в желтую и затем добавляют еще 3 капли этой кислоты.

4.3.2. Титрование

К полученному раствору добавляют такой же объем раствора дифенилкарбазона, какой добавляли к контрольному раствору для определения конечной точки титрования, и титруют хлорид титро-

ваным раствором нитрата ртути (II) до тех пор, пока окраска раствора не совпадает с розовато-лиловой окраской контрольного раствора, что определяет конечную точку титрования.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю хлорида в пересчете на хлорид натрия (NaCl) в процентах вычисляют по формуле

$$(V_0 - V_1) \cdot \frac{100}{m} \cdot 0,005844 = \frac{0,5844 \cdot (V_0 - V_1)}{m},$$

где V_0 — объем титрованного раствора нитрата ртути (II), использованного при титровании, см³;

V_1 — объем титрованного раствора нитрата ртути (II), использованного при приготовлении контрольного раствора для определения конечной точки титрования, см³;

m — масса пробы для анализа, г;

0,005844 — масса хлорида натрия, соответствующая 1 см³ титрованного раствора нитрата ртути (II) концентрации 0,1 моль/дм³.

Результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

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 2463—73 «Хлорат натрия технический. Меркуриметрический метод определения содержания хлорида» 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	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 20292—74	3
ГОСТ 24104—88	3
ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 25794.3—83	2

Редактор *Н. П. Шукина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 24.01.92 Подп. в печ. 20.02.92 Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,28.
Тир. 405 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 869