

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

**КАЛИЙ ЖЕЛЕЗИСТОСИНЕРОДИСТЫЙ
3-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2007

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КАЛИЙ ЖЕЛЕЗИСТОСИНЕРОДИСТЫЙ 3-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ
4207—75

Reagents. Potassium ferrocyanide. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 2113 0320 01

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на 3-водный железистосинеродистый калий (калий гексацианоферрат (II)), представляющий собой кристаллы лимонно-желтого цвета; растворим в воде.

Формула $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 422,41.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 3-водный железистосинеродистый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. По химическим показателям 3-водный железистосинеродистый калий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

| Наименование показателя | Норма | | |
|---|---|---|----------------------------------|
| | Химически чистый х.ч. ОКП 26 2113 0323 09 | Чистый для анализа ч.д.а. ОКП 26 2113 0322 10 | Чистый ч. ОКП 26 2113 0321 00 |
| 1. Массовая доля 3-водного железистосинеродистого калия $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$, %, не менее | 99 | 99 | 98 |
| 2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более | 0,003 | 0,005 | 0,01 |
| 3. Массовая доля карбонатов (CO_3), %, не более | 0,0015 | 0,010 | 0,020 |
| 4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более | 0,005 | 0,005 | 0,02 |
| 5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более | 0,005 | 0,010 | 0,02 |

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2а. Требования безопасности

2а.1. 3-водный железистосинеродистый калий не ядовит, но в присутствии свободных кислот или кислых солей, в особенности при нагревании до 40—50 °С, разлагается с выделением синильной кислоты — сильного яда. При попадании в организм человека, под действием кислоты желудочного сока, образуется синильная кислота, вызывающая отравление.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1975
© Стандартиформ, 2007

Раствор 3-водного железистосинеродистого калия обладает раздражающим действием на кожу. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны — 4 мг/м³ по ГОСТ 12.1.005, класс опасности III (умеренно опасные вещества — по ГОСТ 12.1.007).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2а.2. При работе с препаратом необходимо применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории. В местах наибольшего пыления продукта должны быть предусмотрены местные отсосы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения ВЛР-200 г 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.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 260 г.

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

3.2. Определение массовой доли 3-водного железистосинеродистого калия

3.2.1 *Аппаратура, реактивы и растворы:*

бюретка 1 (2)—2—50—0,1 по НТД;

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336;

колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770;

термометр со шкалой до 100 °С;

чашка выпарительная 5 по ГОСТ 9147;

цилиндр 1 (3)—50 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

дифениламин, раствор с массовой долей 1 % в концентрированной серной кислоте, готовят по ГОСТ 4919.1;

кислота серная по ГОСТ 4204; раствор с массовой долей 20 % и концентрированная;

калий железистосинеродистый по ГОСТ 4206, раствор с массовой долей 1 %;

раствор серникозлого цинка концентрации точно 0,075 моль/дм³; готовят следующим образом: 4,9035 г цинка, поверхность которого непосредственно перед приготовлением раствора очищена стальным ножом от пленки оксида, измельчают в стружку, сразу же взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в выпарительную чашку, растворяют при нагревании на водяной бане в 200 см³ раствора серной кислоты и охлаждают. Содержимое чашки количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают;

цинк по ГОСТ 3640 марки ЦВ или ЦО.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,4000 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ кипящей воды, прибавляют 15 см³ раствора серной кислоты, 2 капли раствора железистосинеродистого калия, 2 капли раствора дифениламина (температура раствора не должна быть ниже 50 °С) и медленно титруют из бюретки раствором серникозлого цинка до появления серовато-фиолетовой окраски, жидкость над осадком должна быть фиолетового цвета.

За 0,5 см³ до предполагаемой точки эквивалентности скорость титрования не должна быть более 1 капли в 1 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю 3-водного железистосинеродистого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,02112 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора сернокислого цинка концентрации точно 0,075 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,02112 — масса 3-водного железистосинеродистого калия, соответствующая 1 см³ точно 0,075 М раствора сернокислого цинка, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Растворы и посуда:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336;

стакан В (Н)-1— 400 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1 (3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 200 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 150 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата «химически чистый» — 1,5 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 2,5 мг,

для препарата «чистый» — 5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 40 % для препарата квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа» и ± 20 % для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.4. Определение массовой доли карбонатов

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетка 4 (5)—2—1 (2) по НТД;

цилиндр 1 (3)—50 (100) или мензурка 50 (100) по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,02$ моль/дм³ (0,02 н.); готовят по ГОСТ 25794.1;

фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1;

спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

3.4.2. Проведение анализа

12,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 3 капли раствора фенолфталеина и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая розовая окраска анализируемого раствора исчезнет от прибавления раствора соляной кислоты:

для препарата «химически чистый» — 0,15 см³,
для препарата «чистый для анализа» — 1,0 см³,
для препарата «чистый» — 2,0 см³.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 46 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через трижды промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента» и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 3) в объеме 50 см³.

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

для препарата «химически чистый» — 0,05 мг SO₄,
для препарата «чистый для анализа» — 0,05 мг SO₄,
для препарата «чистый» — 0,20 мг SO₄,

10 см³ раствора препарата, не содержащего сульфатов (соответствуют 1 г препарата), 1 см³ раствора соляной кислоты и 3 см³ раствора хлористого бария.

Раствор препарата, не содержащий SO₄, готовят следующим образом: 100,00 г 3-водного железистосинеродистого калия помещают в коническую колбу вместимостью 2000 см³ (с меткой на 1000 см³), растворяют в 400 см³ воды, добавляют 10 см³ раствора хлористого бария с массовой долей 20 %, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор выдерживают в течение 24 ч, затем фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 90 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора 5-водной сернистой меди (II) с массовой долей 12,5 % (ГОСТ 4165, х. ч.), перемешивают и выдерживают 15 мин. Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, отбрасывая первую порцию фильтрата.

20 см³ фильтрата (соответствуют 0,2 г препарата) переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 2).

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

для препарата «химически чистый» — 0,010 мг Cl,
для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг Cl,
для препарата «чистый» — 0,040 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массу хлоридов в растворе 5-водной сернистой меди (II).

3.4.1—3.6. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4.

Группа фасовки: IV, V, VI не более 3 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 3-водного железистосинеродистого 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. № 2).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11.02.75 № 391
3. В стандарт введен МС ИСО 6353-3—87 (Р.80) в части квалификации ч.д.а.
4. ВЗАМЕН ГОСТ 4207—65
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|
| ГОСТ 12.1.005—88 | 2а.1 |
| ГОСТ 12.1.007—76 | 2а.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 3.2.1, 3.3.1, 3.4.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 3.4.1 |
| ГОСТ 3640—94 | 3.2.1 |
| ГОСТ 3885—73 | 2.1, 3.1, 4.1 |
| ГОСТ 4165—78 | 3.6 |
| ГОСТ 4204—77 | 3.2.1 |
| ГОСТ 4206—75 | 3.2.1 |
| ГОСТ 4517—87 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4919.1—77 | 3.2.1, 3.4.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 3.2.1, 3.3.1 |
| ГОСТ 9147—80 | 3.2.1 |
| ГОСТ 10671.5—74 | 3.5 |
| ГОСТ 10671.7—74 | 3.6 |
| ГОСТ 18300—87 | 3.4.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 3.2.1, 3.3.1, 3.4.1 |
| ГОСТ 25794.1—83 | 3.4.1 |
| ГОСТ 27025—86 | 3.1а |

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
7. ИЗДАНИЕ (январь 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1976 г., июне 1985 г., июне 1990 г. (ИУС 2—76, 9—85, 9—90)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Т.И. Колопенко*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 26.01.2007. Формат 60×84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93.
Уч.-изд.л. 0,63. Тираж 50 экз. Зак. 75. С 3640.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062, Москва, Лялин пер., 6.