

ГОСТ 10643-75

Группа Л51

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ РОДАНИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

REAGENTS. SODIUM THIOCYANATE. SPECIFICATIONS

ОКП 26 2112 0660 00

Дата введения 1976-07-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В.Грязнов, В.Г.Брудзь, И.Л.Ротенберг, З.М.Ривина, З.М.Сульман, Г.И.Федотова, Т.М.Сас

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 14.05.75 N 1281

3. ВЗАМЕН ГОСТ 10643-63

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005-88	6.1
ГОСТ 1277-75	3.2.1
ГОСТ 1770-74	3.2.1; 3.3.1; 3.6.1
ГОСТ 3885-73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4159-79	3.9.1
ГОСТ 4204-77	3.9.1
ГОСТ 4212-76	3.6.1
ГОСТ 4232-74	3.9.1
ГОСТ 4328-77	3.6.1
ГОСТ 4461-77	3.2.1
ГОСТ 4517-87	3.2.1; 3.6.1; 3.9.1
ГОСТ 4919.1-77	3.9.1
ГОСТ 6709-72	3.2.1; 3.3.1; 3.6.1; 3.9.1
ГОСТ 10163-76	3.9.1
ГОСТ 10555-75	3.8
ГОСТ 10671.5-74	3.5
ГОСТ 10671.7-74	3.4
ГОСТ 17319-76	3.7

ГОСТ 19433-88	4.1
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 3.3.1; 3.6.1
ГОСТ 25794.2-83	3.9.1
ГОСТ 25794.3-83	3.2.1
ГОСТ 27025-86	3.1a
ГОСТ 27067-86	3.2.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу N 5-94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1999 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в сентябре 1985 г., декабре 1990 г. (ИУС 12-85, 3-91)

Настоящий стандарт распространяется на роданистый натрий, представляющий собой бесцветные кристаллы, расплывающиеся на воздухе, растворим в воде, светочувствителен.

Формула: NaCNS .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 81,07.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Роданистый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

1.1. По химическим показателям роданистый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2112 0663 08	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2112 0662 09	Чистый (ч.) ОКП 26 2112 0661 10
1. Массовая доля роданистого натрия (NaCNS), %, не менее	99	98	97
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010	0,020
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,005	0,010
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,010	0,020
5. Массовая доля солей аммония (NH_4), %, не более	0,001	0,002	0,005
6. Массовая доля тяжелых	0,0002	0,0005	0,0010

металлов (Pb), %, не более			
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0002	0,0005
8. Массовая доля веществ, окисляемых йодом (S^{-2}), %, не более	0,002	0,005	0,020

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При проведении взвешиваний применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200 г или ВЛЭ-200 г и ВЛКТ-500 г-М.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 180 г.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.2. Определение массовой доли роданистого натрия

3.2.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор концентрации $c(NH_4CNS)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные), насыщенный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25%; готовят по ГОСТ 4517.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации $c(AgNO_3)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1(2) и 10 см³.

Цилиндр 1(3)-50 (100) по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. N

2).

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,3000 г препарата растворяют в 25 см³ воды, прибавляют из бюретки 50 см³ раствора азотнокислого серебра, 10 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов, перемешивают и титруют из другой бюретки раствором роданистого аммония до появления не исчезающей слабооранжевой окраски жидкости над осадком.

3.2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,008107 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,1 моль/дм³, см³;

V_1 - объем раствора роданистого аммония концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m - масса навески препарата, г;

0,008107 - масса роданистого натрия, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%.

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

$P = 0,95$.

3.2.2, 3.2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Стакан В (Н)-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100 или мензурка 100 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

30,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 100 см³ воды. Стакан с раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. 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 5 раз по 10 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 - 3,0 мг,
- для препарата чистый - 6,0 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ для препарата химически чистый, $\pm 20\%$ для препарата чистый для анализа и $\pm 10\%$ для препарата чистый при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.4. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7.

При этом 0,50 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 6 см³ раствора азотной кислоты и осторожно нагревают на песчаной бане (в вытяжном шкафу). После прекращения бурной реакции раствор кипятят, упаривая его до $\frac{1}{3}$ первоначального объема; перед концом упаривания стенки стакана обмывают небольшим количеством воды. Упаренный раствор охлаждают, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 50 и 40 см³) и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом без добавления азотной кислоты.

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

- для препарата химически чистый - 0,010 мг,
- для препарата чистый для анализа - 0,025 мг,
- для препарата чистый - 0,050 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5.

При этом 0,50 г препарата растворяют в 25 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

- для препарата химически чистый - 0,025 мг,
- для препарата чистый для анализа - 0,05 мг,
- для препарата чистый - 0,10 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.6. Определение массовой доли солей аммония

3.6.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20%, не содержащий NH_4^+ ; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий NH_4^+ ; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ NH_4^+ .

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517.

Колба К-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 2-100 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1 (2) и 5 (10) см³.

Холодильник по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.6.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 20 см³ раствора гидроокиси натрия, соединяют круглодонную колбу с холодильником и отгоняют 50 см³ жидкости, собирая ее в цилиндр, содержащий 50 см³ воды. Раствор перемешивают, прибавляют 2 см³ реактива Несслера и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,01 мг NH_4^+ ,

для препарата чистый для анализа - 0,02 мг NH_4^+ ,

для препарата чистый - 0,05 мг NH_4^+

и 2 см³ реактива Несслера.

(Измененная редакция, Изм. N 1,

2).

3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319.

При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят тиацетамидным методом фотометрически или визуально.

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

для препарата химически чистый - 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг,

для препарата чистый - 0,050 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555.

При этом 5,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят фотометрически сульфосалициловым методом.

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

для препарата химически чистый - 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг,

для препарата чистый - 0,025 мг.

Допускается проводить определение по ГОСТ 10555 2,2'-дипиридиловым методом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят фотометрически сульфосалициловым методом.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.9. Определение массовой доли веществ, окисляемых йодом (в пересчете на серу низшей валентности)

3.9.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации $c(\frac{1}{2} I_2) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 10%; готовят по ГОСТ 4517.

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

Бюретка вместимостью 5 см с ценой деления 0,02 см или вместимостью 3 см .

Колба Кн-2-100-22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 1 (2) см

3

3.9.2. Проведение анализа

2,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты, 0,5 г йодистого калия, перемешивают, прибавляют 0,5 см³ раствора крахмала и титруют из бюретки раствором йода до появления фиолетовой окраски.

3.9.3. Обработка результатов

Массовую долю веществ, окисляемых йодом (в пересчете на серу низшей валентности), (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00016 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m - масса навески препарата, г;

0,00016 - масса серы (S⁻²), соответствующая 1 см³ раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0004%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,0002\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.9.1-3.9.3. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

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, 2-9, 11-1 (помещенные в картонные барабаны) и 11-6, обернутые в светонепроницаемую бумагу.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

Классификационный шифр роданистого натрия - 9153 по ГОСТ 19433.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.2. Препарат транспортируют 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 роданистого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - один год со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Роданистый натрий токсичен. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны - 10 мг/м^3 , класс опасности IV (ГОСТ 12.1.005).

6.2. При работе с препаратом необходимо использовать индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки).

6.3. Помещения, в которых проводят работу с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. В местах наибольшего пыления необходимо предусмотреть местные отсосы. Анализ препарата проводят в вытяжном шкафу.

Разд.6. (Введен дополнительно, Изм. N 2).

Электронный текст документа
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1999