



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
КАЛИЙ АЗОТИСТОКИСЛЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ГОСТ 4144—79

Издание официальное

1 р. 60 к. БЗ 6—91

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

Редактор *С. В. Жидкова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 25.03.92 Подп. в печ. 06.05.92 Усл. печ. л. 0,625. Усл. кр.-отт. 0,625. Уч.-изд. л. 0,54.
Тир. 1939 экз.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1110

Реактивы

КАЛИЙ АЗОТИСТОКИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents. Potassium nitrite. Specifications

ГОСТ

4144—79

ОКП 26 2113 0010 01

Срок действия с 01.07.80
до 01.07.95

Настоящий стандарт распространяется на азотистокислый калий, представляющий собой кристаллы белого или слабо-желтого цвета, гигроскопичен, хорошо растворим в воде.

Формула KNO_2 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 85,10.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По химическим показателям азотистокислый калий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное



© Издательство стандартов, 1979

© Издательство стандартов, 1992

Переиздание с изменениями

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

| Наименование показателя | Норма | | |
|---|--|---|--|
| | Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2113 0013 09 | Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2113 0012 10 | Чистый (ч.) ОКП 26 2113 0011 00 |
| 1. Массовая доля азотистокислого калия (KNO ₂), %, не менее | 97,5 | 95,0 | 93,0 |
| 2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более | 0,003 | 0,005 | 0,01 |
| 3. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более | 0,005 | 0,01 | 0,02 |
| 4. Массовая доля хлоридов, (Cl), %, не более | 0,005 | 0,01 | 0,02 |
| 5. Массовая доля железа (Fe), %, не более | 0,0002 | 0,0004 | 0,001 |
| 6. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более | 0,0002 | 0,0005 | 0,001 |

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Азотистокислый калий ядовит, при попадании внутрь организма вызывает паралич сосудодвигательного центра и образование в крови метгемоглобина.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (спецодежда, респираторы, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Препарат является окислителем, способствует самовозгоранию горючих материалов. Не допускается хранение препарата с легковоспламеняющимися веществами и горючими материалами.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200 г.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 260 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Определение массовой доли азотистокислого калия

4.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1—500—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 6(7)—2—10, 2(3)—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 30%, свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 4517—87.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 20%.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрий сернистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83.

4.3.2. *Проведение анализа*

Около 2,0000 г препарата помещают в мерную колбу и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

В коническую колбу помещают из бюретки 50 см³ раствора марганцовокислого калия и прибавляют по каплям при перемешивании из пипетки 20 см³ приготовленного раствора азотистокислого калия, затем прибавляют 5 см³ раствора серной кислоты, колбу закрывают пробкой и выдерживают в течение 30 мин, периодически встряхивая колбу. Затем пробку и стенки колбы смывают 150 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора йодистого калия, быстро закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия; полученный раствор перемешивают и оставляют в покое в темном месте. Через 10 мин пробку и стенки колбы смывают водой и выделившийся йод титруют из бюретки раствором

5-водного серноватистокислого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую. Затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольное титрование таких же объемов растворов марганцовокислого калия, йодистого калия и серной кислоты.

4.3.3. Обработка результатов

Массовую долю азотистокислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,004255 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 20},$$

где V — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

V_1 — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

0,004255 — масса азотистокислого калия, соответствующая 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.3.1—4.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.4.1. Аппаратура и реактивы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

Стакан В(Н)-1—150 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

4.4.2. Проведение анализа

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 50 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом, выдерживают на водяной бане в течение 1 ч и 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 — 5,0 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 35\%$ для препарата квалификации «химически чистый», $\pm 25\%$ для препарата квалификации «чистый для анализа» и $\pm 20\%$ для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.4.1, 4.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,00 г препарата помещают в выпарительную чашку 2 (ГОСТ 9147—80), прибавляют 1,6 г хлористого аммония (ГОСТ 3773—72) и растворяют в 10 см³ воды. Раствор выпаривают досуха на водяной бане, снова растворяют в небольшом количестве воды и еще раз выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 50 см³ воды и фильтруют, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр промывают водой, промывные воды собирают в ту же колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ раствора (соответствуют 0,5 г) препарата помещают в коническую колбу 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.

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси сульфатов в результате анализа вносят поправку.

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

4.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 0,20 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 30 см³), растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 2,5 см³ раствора азотной кислоты, осторожно нагревают и кипятят, упаривая раствор до трети первоначального объема. Затем, тщательно смывая стенки колбы водой, объем раствора доводят водой до метки и снова кипятят до трети объема. Эту операцию повторяют 2—3 раза — до полного удаления окислов азота (про-

ба с йодкрахмальной бумагой, приготовленной по ГОСТ 4517—87). Затем раствор охлаждают, доводят водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не прибавляя раствора азотной кислоты.

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

- для препарата химически чистый — 0,01 мг,
- для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,
- для препарата чистый — 0,04 мг.

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

4.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,50 г препарата помещают в выпарительную чашку 2 (ГОСТ 9147—80) прибавляют 2,0 г хлористого аммония, не содержащего железа (готовят по ГОСТ 4517—87), и растворяют в 10 см³ воды. Раствор выпаривают досуха на водяной бане, остаток растворяют в небольшом количестве воды и снова выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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 заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

4.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 7,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³, с притертой или резиновой пробкой), прибавляют 7 г хлористого аммония (ГОСТ 3773—72) и растворяют в 50 см³ воды. Раствор осторожно нагревают и кипятят, упаривая до трети первоначального объема. Затем объем раствора доводят водой до метки и снова кипятят. Операцию кипячения повторяют 2—3 раза — до полного разложения препарата (до прекращения выделения бурых паров). Затем раствор охлаждают, доводят водой объем его до метки и далее определение проводят сероводородным методом в объеме 62 см³.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, пригото-

енного одновременно с анализируемым и содержащего в таком объеме:

для препарата химически чистый — 0,015 мг Pb,

для препарата чистый для анализа — 0,040 мг Pb,

для препарата чистый — 0,075 мг Pb,

см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксуснокислого аммония
10 см³ сероводородной воды.

Одновременно в тех же условиях и с теми же объемами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси тяжелых металлов в результате анализа вносят поправку.

4.5—4.8. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-4.

Группа фасовки: III, IV, V.

На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс опасности 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5112, серийный номер ООН 1488).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

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

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие азотистокислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — два года со дня изготовления.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Грязнов Г. В., Манова Т. Г., Ротенберг И. Л., Ривина З. М., Кидиярова Л. В.

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.06.79 № 2146

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4144—65

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|
| ГОСТ 1770—74 | 4.3.1, 4.4.1 |
| ГОСТ 3773—72 | 4.5, 4.8 |
| ГОСТ 3885—73 | 3.1, 4.2, 5.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 4.3.1 |
| ГОСТ 4232—74 | 4.3.1 |
| ГОСТ 4517—87 | 4.3.1, 4.6, 4.7 |
| ГОСТ 4919.1—77 | 4.3.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 4.3.1, 4.4.1 |
| ГОСТ 9147—80 | 4.5, 4.7 |
| ГОСТ 10163—76 | 4.3.1 |
| ГОСТ 10655—75 | 4.7 |
| ГОСТ 10671.5—74 | 4.5 |
| ГОСТ 10671.7—74 | 4.6 |
| ГОСТ 17319—76 | 4.8 |
| ГОСТ 19433—88 | 5.1 |
| ГОСТ 20292—74 | 4.3.1 |
| ГОСТ 20490—75 | 4.3.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 4.3.1, 4.4.1 |
| ГОСТ 25794.2—83 | 4.3.1 |
| ГОСТ 27025—86 | 4.1 |
| ГОСТ 27068—86 | 4.3.1 |

5. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 20.09.89 № 2790

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1992 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1984 г., сентябре 1989 г. (ИУС 2—85, 12—89)