

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РЕАКТИВЫ

**КАЛИЙ-НАТРИЙ ВИННОКИСЛЫЙ
4-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Реактивы

КАЛИЙ-НАТРИЙ ВИННОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

Технические условия

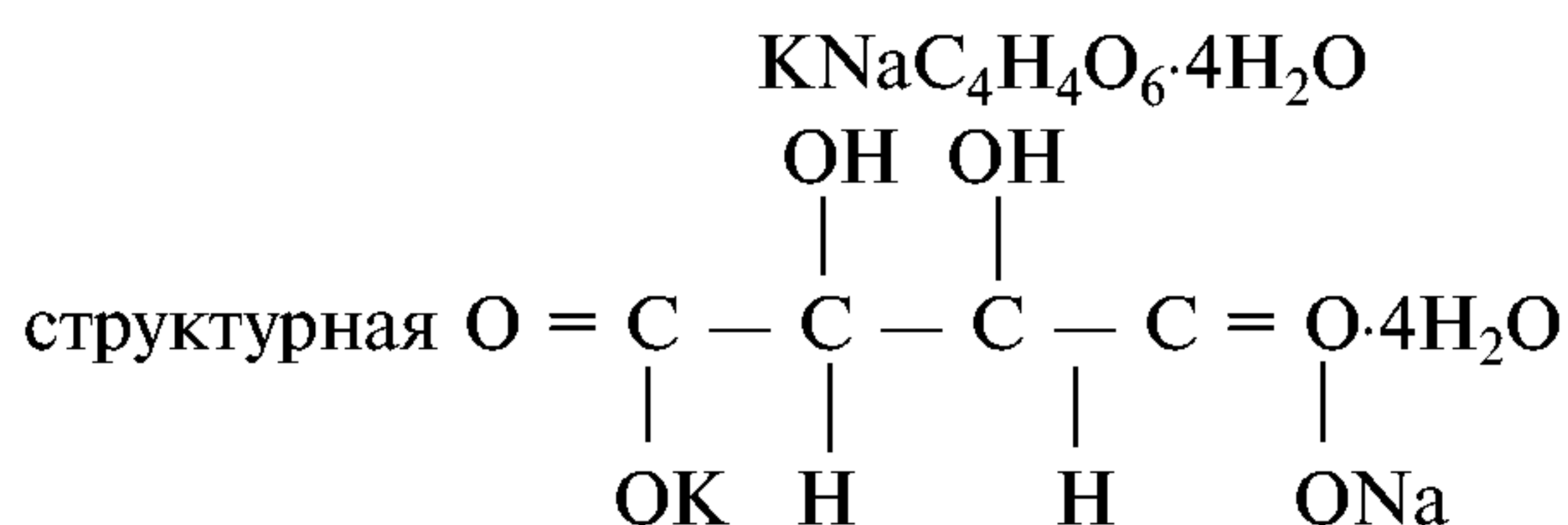
ГОСТ
5845—79Reagents.
Potassium-sodium tartrate, 4-aqueous.
Specifications

ОКП 26 3452 0470 06

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на 4-водный виннокислый калий-натрий (сегнетова соль), который представляет собой бесцветные прозрачные кристаллы, легко растворимые в воде.

Формулы: эмпирическая



Реактив не токсичен и не взрывоопасен.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 282,21.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 4-водный виннокислый калий-натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 4-водный виннокислый калий-натрий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а) ОКП 26 3452 0472 04	Чистый (ч.) ОКП 26 3452 0471 05
1. Массовая доля 4-водного виннокислого калия-натрия ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), %, не менее	99,5	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,01
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,002	0,01
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01	0,01

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2002

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а) ОКП 26 3452 0472 04	Чистый (ч.) ОКП 26 3452 0471 05
5. Массовая доля фосфатов (PO ₄), %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,001
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,002
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002	0,005
9. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00002	Не нормируется
10. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,001
11. (Исключен, Изм. № 1)		
12. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	7,0—8,5	7,0—8,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовые доли общего азота, фосфатов и мышьяка изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг).

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 190 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Определение массовой доли 4-водного виннокислого калия-натрия

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колонка стеклянная (с притертым краном) внутренним диаметром 18—20 мм и рабочей высотой 175—180 мм; в верхней части колонки должно быть расширение, в нижней — стеклянная пластинка с мелкими отверстиями, или фильтрующий тигель по ГОСТ 25336. Допускается стеклянная вата.

Бюретка 1 (2)—2—50—0,1 по НТД.

Колба Кн-2—500—34 (40, 50) по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1—100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—100 по ГОСТ 1770.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 10 %.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор с массовой долей 10 %.

Катионит марки КУ-1 или КУ-2-8 по ГОСТ 20298 первого сорта.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:2.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

С. 3 ГОСТ 5845—79

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1,5—1,7 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

3.2.2. Подготовка к анализу

3.2.2.1. Подготовка катионита

Катионит отсеивают от пыли и крупных частиц, применяют фракцию частиц размером от 0,3 до 1,5 мм.

Для удаления минеральных примесей и перевода катионита в Н-форму его помещают в стакан или колбу и несколько раз обрабатывают нагретым до 50—60 °С раствором соляной кислоты.

После этого катионит загружают в колонку до высоты столба 100—150 мм и продолжают отмывать нагретым раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа (проба с раствором роданистого аммония или роданистого калия), затем катионит отмывают водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра).

Катионит хранят в колонке под слоем воды или отфильтровывают на воронке Бюхнера и хранят в склянке с притертой пробкой.

3.2.2.2. Подготовка колонки

Пустую колонку заполняют водой, для чего носик колонки погружают в воду, закрывают колонку сверху пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, и через трубку засасывают воду. Необходимо добиться полного отсутствия пузырьков воздуха. Затем в колонку вносят небольшими порциями катионит до высоты столба 100 мм.

Перед пропуском анализируемого раствора колонку промывают водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Избыток воды сливают, оставляя воду над катионитом слоем в 1 см. Необходимо, чтобы при работе в слое катионита было полное отсутствие пузырьков воздуха.

Колонка с высотой слоя катионита 100 мм пригодна для двух определений, после этого катионит следует заменить или регенерировать многократной (7—8 раз) обработкой, нагретым до 50—60 °С раствором соляной кислоты, при перемешивании с последующей тщательной промывкой водой до отрицательной реакции на хлор-ион.

3.2.3. Проведение анализа

Около 0,4000 г препарата помещают в стакан, растворяют в 50 см³ воды и перемешивают. Полученный раствор пропускают через колонку, наполненную катионитом в Н-форме, со скоростью 4—6 см³ в 1 мин. Катионит в колонке промывают 100 см³ воды с той же скоростью, предварительно споласкивая этой водой стакан, в котором был растворен препарат. Воду пропускают через колонку в несколько приемов, приливая каждую новую порцию лишь после того, как предыдущая пройдет через колонку и над слоем катионита останется слой воды в 1 см.

Раствор и промывание воды собирают в коническую колбу, затем через колонку пропускают 25 см³ воды до нейтральной реакции воды по метиловому оранжевому.

К раствору с промывной водой прибавляют 8—10 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски раствора.

3.2.4. Обработка результатов

Массовую долю 4-водного виннокислого калия-натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01411 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,01411 — масса 4-водного виннокислого калия-натрия, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³.

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 $\pm 0,5$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Определение массовой доли не растворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1—400 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

25,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см³ дистиллированной 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 100 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 «чистый для анализа» — 1,25 мг,

для препарата «чистый» — 2,50 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ± 20 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4 фотометрическим методом из навески препарата массой 0,50 г.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,01 мг,

для препарата «чистый» — 0,05 мг.

3.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5.

Для этого 1,00 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563), осторожно обугливают на электроплитке (пользоваться газовой горелкой нельзя), а затем прокаливают в муфельной печи при 400—500 °С. При неполном сгорании остаток смачивают водой (1—2 см³), выпаривают раствор на электрической водяной бане и снова прокаливают до получения остатка белого цвета.

Остаток растворяют в 20 см³ воды при нагревании на электрической водяной бане, переносят в коническую колбу вместимостью 10 см³ (с меткой на 50 см³), прибавляют 0,25 см³ раствора пероксида водорода х. ч. с массовой долей 3 % (готовят по ГОСТ 4517) и кипятят 1—2 мин. Затем раствор охлаждают, медленно нейтрализуют при тщательном перемешивании раствором соляной кислоты с массовой долей 10 % в присутствии 1—2 капель раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Затем объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуальнометрическим методом (способ 1). Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата «чистый для анализа» — 0,05 мг,

для препарата «чистый» — 0,05 мг.

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

3.6. Определение массовой доли фосфатов проводят по ГОСТ 10671.6.

Для этого 2,00 г препарата помещают в платиновую чашку (ГОСТ 6563), осторожно обугливают на электрической плитке, а затем прокаливают в муфельной печи при 500—600 °С до полного сгорания угля. При неполном сгорании остаток смачивают небольшим объемом воды (2—3 см³), выпаривают раствор на водяной бане досуха и снова прокаливают до получения остатка белого цвета. После охлаждения к остатку осторожно прибавляют 10 см³ раствора азотной кислоты, раствор выпаривают на водяной бане, почти досуха, остаток растворяют в 15 см³ воды при нагревании на водяной бане, раствор охлаждают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента» в мерную колбу. Далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг,

для препарата «чистый» — 0,04 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ заканчивают фотометрически.

3.7 Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. Для этого 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 14 см³ воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), прибавляя 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % (вместо 1 см³).

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» — 0,005 мг Cl,

для препарата «чистый» — 0,010 мг Cl,

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

3.4—3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.8. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555. Для этого 1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 мг,

для препарата «чистый» — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.9. Определение массовой доли кальция

3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—100—22(34) по ГОСТ 25336.

Пипетки 6(7)—2—5(10), 4(5)—2—1 по НТД.

Пробирка П1—16—150 ХС или П1—14—120 ХС, или П2Т-25ХС по ГОСТ 25336.

Чашка из платины по ГОСТ 6563.

Аммиак водный, не содержащий углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Мурексид (аммонийная соль пурпуровой кислоты), раствор с массовой долей 0,05 % (насыщенный); годен в течение 2 сут.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 4 %.

Раствор массовой концентрации Са 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации Са 0,01 мг/см³.

3.9.2. *Проведение анализа*

2,50 г препарата помещают в платиновую чашку, смачивают 0,25 см³ серной кислоты и обугливают на электрической плитке. Остаток прокаливают в муфельной печи при 600—800 °С до полного сгорания угля. При неполном сгорании остаток смачивают небольшим объемом воды (2—3 см³), выпаривают раствор на водяной бане досуха и снова прокаливают. Чашку охлаждают, к остатку осторожно прибавляют 2,5 см³ раствора соляной кислоты, накрывают чашку часовым стеклом и нагревают на водяной бане 30 мин. Затем часовое стекло снимают, смывают его водой и выпаривают раствор досуха.

Остаток растворяют при нагревании в смеси 0,1 см³ раствора соляной кислоты и 10 см³ воды, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ с меткой на 50 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,25 г препарата) помещают в пробирку (с меткой на 8 см³), нейтрализуют раствором аммиака по лакмусовой бумаге (проба на вынос), доводят объем

раствора водой до метки, прибавляют при перемешивании 1 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора мурексида.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1—2 мин розовато-фиолетовая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 мг Са,
 для препарата «чистый» — 0,012 мг Са,
 1 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора мурексида.

3.10. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485 визуальным методом с применением бромнортутной бумаги в серноокислой среде из навески препарата массой 5,00 г.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромно-ртутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме для препарата чистый для анализа — 0,001 мг As, 20 см³ раствора серной кислоты, 2,5 см³ раствора двухлористого олова и 5 г цинка.

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319. Для этого 2,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 30 см³ воды и далее определение проводят сероводородным методом, не прибавляя раствора уксуснокислого аммония и уксусную кислоту.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если 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» — 0,01 мг Рb,
 для препарата «чистый» — 0,02 мг Рb и 10 см³ сероводородной воды.

3.8—3.11. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.12, 3.12.1, 3.12.2. (Исключены, Изм. № 1).

3.13. Определение рН раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336), прибавляют цилиндром (ГОСТ 1770) 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517), тщательно перемешивают и измеряют рН раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 рН.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 рН.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,1 рН при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—4.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 4-водного виннокислого калия-натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.01.79 № 122
3. ВЗАМЕН ГОСТ 5845—70
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1277—75	3.2.1	ГОСТ 10555—75	3.8
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.3.1, 3.13	ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 3118—77	3.2.1, 3.9.1	ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 10671.6—74	3.6
ГОСТ 4139—75	3.2.1	ГОСТ 10671.7—74	3.7
ГОСТ 4204—77	3.9.1	ГОСТ 17319—76	3.11
ГОСТ 4212—76	3.9.1	ГОСТ 18300—87	3.2.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1, 3.9.1	ГОСТ 20298—74	3.2.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1, 3.5, 3.9.1, 3.13	ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.9.1, 3.13
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1, 3.5	ГОСТ 25794.1—83	3.2.1
ГОСТ 6563—75	3.5, 3.6, 3.9.1	ГОСТ 27025—86	3.1a
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.9.1	ГОСТ 27067—86	3.2.1
ГОСТ 10485—75	3.10		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)
6. ИЗДАНИЕ (октябрь 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС № 8—89)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 13.11.2002. Подписано в печать 04.12.2002. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,80.
Тираж 81 экз. С . Зак. 355.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов