



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ ДВУХРОМОВОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3763—76

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭиФ КР
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

АММОНИЙ ДВУХРОМОВОКИСЛЫЙ

ГОСТ
3763—76

Технические условия

Reagents. Ammonium bichromate.
Specifications

ОКП 26 2116 0110 05

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на двуххромовокислый аммоний, который представляет собой оранжево-красные кристаллы, растворимые в воде.

Формула: $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 252,06.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1.1. По химическим показателям двуххромовокислый аммоний должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2116 0112	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0111
1. Массовая доля двуххромовокислового аммония $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, %, не менее	99,7	99,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,05
5. Массовая доля калия и натрия (K+Na), %, не более	0,1	0,2
6. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,003	0,005
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,004	0,005
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,01

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю алюминия, железа и кальция изготовитель определяет периодически в каждой 15-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

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 и ВЛЭ-200 г или ВЛКТ-500 г-М.

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

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 220 г.

3.2. Определение массовой доли двуххромовокислого аммония

3.2.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 20 %, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, 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.

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

Колба Кн-1—500—29/32 (34/35) ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 2, 10 и 25 см³.

Стаканчик для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50(100, 250) по ГОСТ 1770.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 1,8000 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора помещают пипеткой в коническую колбу, прибавляют 25 см³ воды, 10 см³ раствора йодистого калия, 20 см³ раствора серной кислоты, выдерживают в темноте в течение 10 мин и прибавляют 200 см³ воды, обмывая пришлифованную пробку и стенки колбы. Выделившийся йод титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистоокислого натрия до перехода окраски раствора в желтую, затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титровать при тщательном перемешивании до перехода синей окраски раствора в светло-зеленую.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов и в тех же условиях.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю двуххромовокислого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,004202 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

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

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

m — масса навески препарата, г;

0,004202 — масса двуххромовокислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора 5-водного серноватистоокислого натрия 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 0,25 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа +0,5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Стакан В(Н)-1—400(600) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(2)—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 (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 — 1,5 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ для препарата чистый для анализа и $\pm 25\%$ для препарата чистый при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³) и растворяют в 30 см³ воды. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 1,00 г двуххромовокислого аммония, не содержащего хлоридов,

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Cl,

для препарата чистый — 0,020 мг Cl,

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

Двуххромовокислый аммоний, не содержащий хлоридов, отбирают выборочно от партий выпускаемой продукции.

3.1а—3.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 0,40 г препарата чистый для анализа или 0,20 г препарата чистый помещают в делительную воронку вместимостью 50 см³ (ГОСТ 25336), растворяют в 5 см³ воды, прибавляют 5 см³ соляной кислоты (ГОСТ 3118), 10 см³ трибутилфосфата и взбалтывают.

После расслаивания смеси водный слой переносят в другую такую же делительную воронку, прибавляют 5 см³ этилового эфира для наркоза и встряхивают. После расслаивания водный слой переносят в выпарительную чашку 1(2) (ГОСТ 9147) и выпаривают на водяной бане почти досуха (до влажных солей).

Остаток растворяют в 10 см³ воды, переносят количественно в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³) и, если раствор мутный, его фильтруют через трижды промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента». Затем прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и прибавляют по каплям раствор аммиака (ГОСТ 3760) с массовой долей 10 % до появления желтой окраски раствора. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,10 мг.

При необходимости в результате анализа вносят поправку на массу сульфатов в применяемых реактивах, определяемую контрольным опытом.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).