



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**ГИДРОСУЛЬФИТ НАТРИЯ
ТЕХНИЧЕСКИЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 246—76

Издание официальное



ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

БЗ 9—93 / 210 =

ГИДРОСУЛЬФИТ НАТРИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Sodium hydrosulphite for industrial use.
SpecificationsГОСТ
246—76

ОКП 21 4231 0100

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на технический гидросульфит натрия (дитионит натрия), предназначенный для легкой, медицинской, пищевой, химической и других отраслей промышленности.

Формула $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 174,097.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям гидросульфит натрия должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976

© Издательство стандартов, 1994

Переиздание с изменениями

бавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого раствора.

Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к алиquotной части раствора контрольного опыта так же, как и при построении градуировочного графика.

Массу железа в анализируемой пробе в миллиграммах определяют по градуировочному графику.

3.7.4. *Обработка результатов*

Массовую долю окиси железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 1,43 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot 10 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески гидросульфита натрия, г;

1,43 — коэффициент пересчета железа на окись железа.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,003% ($P=0,95$).

3.7.2—3.7.4. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3.8. Определение массовой доли цинка

3.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Полярограф визуальный или электронный самопишущий.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Пипетка градуированная вместимостью 10 см³.

Колба мерная 2—25 (250)—2 по ГОСТ 1770—74.

Колбы конические вместимостью 50 и 250 см³.

Цилиндр 1—5 (25, 100) по ГОСТ 1770—74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Бром по ГОСТ 4109—79, х.ч., насыщенный водный раствор (бромная вода), готовят по ГОСТ 4517—87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89, свежеприготовленный раствор с массовой долей пищевого желатина 0,5%; готовят следующим образом: 0,5 г желатина растворяют при 90 °С в 100 см³ воды, затем прибавляют 3,5 г сернокислого натрия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей соляной кислоты 5%.

Натрий сернистоокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—77.

Натрий сернистый по ГОСТ 4166—76.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Цинк сернистый по ГОСТ 4174—77, х.ч., раствор концентрации c ($1/2 \text{ ZnSO}_4$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.), готовят следующим образом: 0,3593 г сернистого цинка растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают. 1 см³ полученного раствора содержит 0,00033 г цинка — раствор А.

Допускается применение импортной посуды по классу точности не ниже отечественной.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.8.2. Проведение анализа

0,5 г гидросульфита натрия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 10—15 см³ раствора соляной кислоты и кипятят раствор для удаления SO₂ и коагулирования серы. Выпавшую серу отфильтровывают через бумажный фильтр «белая лента», промывают небольшими порциями горячей воды общим объемом 20 см³. К фильтрату добавляют 15 см³ бромной воды, раствор кипятят для удаления избытка брома, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Добавляют 2 см³ аммиака, 0,2 см³ раствора желатина, 1 г сернистоокислого натрия, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и оставляют на 15 мин.

10 см³ раствора отбирают в полярографический сосуд. Устанавливают скорость вытекания ртути из капилляра равной 50—60 каплям в минуту и полярографируют раствор при чувствительности гальванометра, подобранной визуально в зависимости от содержания цинка.

Строят кривую зависимости силы тока от напряжения в пределах от 1,0 до 1,5 В.

Затем к раствору в полярографическом сосуде прибавляют такое количество раствора А, чтобы получилось увеличение высоты волны не менее чем на одну треть.

3.8.3. Обработка результатов

Массовую долю цинка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{0,00033 \cdot V \cdot h \cdot 100,25}{(h_1 - h) \cdot m \cdot 10},$$

где 0,00033 — масса цинка в 1 см³ раствора А, г;

V — объем раствора А, см³;

h — высота волны исследуемого раствора, мм;

h_1 — высота волны исследуемого раствора с добавлением раствора А, мм;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01% ($P=0,95$).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.9. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Тигель ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пробирка П2Т-10 ТС по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой долей хлористого бария 10%.

Допускается применение импортной посуды по классу точности не ниже отечественной.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9.2. *Проведение анализа*

10 г гидросульфита натрия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака, растворяют в 200 см³ воды. После растворения фильтруют раствор через высушенный до постоянной массы при 105—110°С фильтрующий стеклянный тигель.

Остаток на фильтре промывают водой до отрицательной реакции на сульфат-ион (проба с раствором хлористого бария) и сушат при 105—110°С до постоянной массы.

3.9.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимых в воде веществ (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса высушенного остатка, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,03% ($P=0,95$).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Гидросульфит натрия упаковывают в герметичные стальные барабаны для химических продуктов типов БТІВ₁—50, БТІІВ₁—50 по ГОСТ 5044—79, вставленные в фанерные барабаны № 4—1 типа 1 по ГОСТ 9338—80 или в полиэтиленовые мешки-вкладыши, вложенные в герметичные стальные барабаны из стали толщиной не менее 0,63 мм (по согласованию с потребителями не менее 0,5 мм) типов БТІВ₁—50, БТІІВ₁—50 по ГОСТ 5044—79.

Полиэтиленовые мешки-вкладыши запаивают или завязывают.
(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. Стальные барабаны должны быть с наружной стороны покрыты лаком. Крышка должна точно подходить к отверстию барабана и после закрытия должна быть хорошо развальцована.

Тара должна обеспечивать сохранность продукта при транспортировании и хранении.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.3. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 наносится на бумажные ярлыки с указанием манипуляционных знаков «Бонится сырости», «Верх, не кантовать» и предупредительной надписи «Не бросать», а также с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88, класс 4, подкласс 4.3, классификационный шифр 4302.

Кроме того, на транспортную тару наносится маркировка, содержащая следующие данные, характеризующие продукцию:

наименование и сорт продукта;
номер партии;
обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. (Исключен, Изм. № 1).

4.5. Гидросульфит натрия транспортируют транспортом всех видов (кроме авиации) в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на транспорте данного вида.

По железной дороге продукт транспортируют повагонными отправками.

Упакованный в барабаны продукт должен транспортироваться пакетами в соответствии с ГОСТ 24597—81, ГОСТ 21650—76, ГОСТ 26663—85.

• Допускается транспортировать продукт в непакетированном виде по согласованию с потребителем.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.6. Гидросульфит натрия должен храниться в закрытом складском помещении в исправной герметичной таре.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие гидросульфита натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения гидросульфита натрия — шесть месяцев со дня изготовления продукта.

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

К. В. Ткачев, Н. И. Баянова, Г. П. Скотникова, А. Е. Теленева, Н. М. Кудрявцева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.07.76 № 1775

3. ВЗАМЕН ГОСТ 246—67

4. Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	1а.3; 1а.5	ГОСТ 4919.1—77	3.5.1; 3.6.1
ГОСТ 12.1.007—76	1а.1	ГОСТ 5044—79	4.1
ГОСТ 12.4.016—83	1а.6	ГОСТ 5456—79	3.7.1
ГОСТ 61—75	3.5.1; 3.6.1	ГОСТ 6709—72	3.5.1; 3.6.1; 3.7.1;
ГОСТ 195—77	3.8.1		3.8.1; 3.9.1
ГОСТ 199—78	3.7.1	ГОСТ 9338—80	4.1
ГОСТ 1625—89	3.5.1; 3.6.1	ГОСТ 10163—76	3.5.1; 3.6.1
ГОСТ 1770—74	3.5.1; 3.6.1; 3.7.1;	ГОСТ 11293—89	3.8.1
	3.8.1	ГОСТ 14192—77	4.3
ГОСТ 3118—77	3.7.1; 3.8.1	ГОСТ 18300—87	3.5.1; 3.6.1
ГОСТ 3760—79	3.8.1	ГОСТ 19433—88	2.1; 4.3
ГОСТ 4108—72	3.9.1	ГОСТ 21650—76	4.5
ГОСТ 4109—79	3.8.1	ГОСТ 24104—88	3.5.1; 3.6.1; 3.7.1;
ГОСТ 4159—79	3.5.1; 3.6.1		3.8.1; 3.9.1
ГОСТ 4166—76	3.8.1	ГОСТ 24597—81	4.5
ГОСТ 4174—77	3.6.1; 3.8.1	ГОСТ 25336—82	3.6.1; 3.9.1
ГОСТ 4212—76	3.7.1	ГОСТ 25794.1—83	3.5.1; 3.7.1
ГОСТ 4328—77	3.5.1; 3.6.1	ГОСТ 25794.2—83	3.5.1; 3.6.1
ГОСТ 4517—87	3.8.1	ГОСТ 26663—85	4.5
ГОСТ 4658—73	3.8.1	ГОСТ 27068—86	3.5.1; 3.6.1

6. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 2—93)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1994 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1982 г., сентябре 1986 г., декабре 1988 г. (ИУС 4—82, 12—86, 4—89)

Редактор Л. И. Нахимова

Технический редактор О. Н. Никитина

Корректор Н. Л. Шнайдер

Сдано в наб. 06.04.94.

Подп. в печ. 05.05.94.

Усл. в. л. 0,93.

Усл. кр.-отт. 0,93.

Уч.-изд. л. 0,97. Тир. 508 экз. С 1291

Группа Л14

Изменение № 4 ГОСТ 246—76 Гидросульфит натрия технический. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2671

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

(Продолжение см. с. 26)

(Продолжение изменения № 4 к ГОСТ 246—76)

Вводная часть. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 174,097».

Пункт 1а.2. Второй абзац дополнить словами: «При попадании внутрь организма человека она может вызвать рвоту, вялость, расстройство кровообращения, сердцебиение».

Пункт 1а.3. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.005—76 на ГОСТ 12.1.005—88; дополнить абзацем:

«Контроль за концентрацией вредных веществ проводят по методам, разработанным в соответствии с ГОСТ 12.1.016—79».

Пункты 1а.5, 1а.6 изложить в новой редакции: «1а.5. Производственные помещения и лаборатории, в которых проводят работы с гидросульфитом натрия, должны быть обеспечены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021—75 и санитарно-бытовыми помещениями.

Производственное оборудование и коммуникации в местах возможного образования пыли и газов должны быть снабжены местными аспирационными отсосами, обеспечивающими состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88, или, при необходимости, герметизированы.

1а.6. Работающие с гидросульфитом натрия должны быть обеспечены

(Продолжение см. с. 27)

специальной одеждой в соответствии с ГОСТ 12.4.016—83 и нормами, утвержденными в установленном порядке, а также средствами индивидуальной защиты органов дыхания — респираторами типа У-2К, ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028—76».

Раздел 1а дополнить пунктами — 1а.7, 1а.8:

«1а.7. При производстве, применении, транспортировании и хранении гидросульфита натрия должны быть обеспечены требования ГОСТ 17.2.3.02—78 и правил безопасности для производств основной химической промышленности.

1а.8. Утилизация отходов осуществляется в соответствии с санитарными правилами накопления, транспортирования, обезвреживания и захоронения промышленных отходов».

Пункт 2.1. Заменить ссылку: ГОСТ 19433—81 на ГОСТ 19433—88.

Пункты 3.2, 3.3 изложить в новой редакции:

«3.2. Точечные пробы соединяют вместе в объединенную пробу, быстро и тщательно перемешивают и сокращают методом квартования или на делителе до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг.

3.3. Среднюю пробу делят на две равные части по 0,25 кг, лабораторную и контрольную, и помещают в чистые сухие банки с плотно закрывающимися крышками.

На банках указывают: наименование продукта, обозначение настоящего стандарта, сорт, номер партии, дату отбора пробы, надпись «Воспламеняется от воды».

Пункт 3.5.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Пипетка вместимостью 50 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³;

пятый абзац изложить в новой редакции:

«Колба типа Кн исполнения 1, вместимостью 500 см³ из термически и химически стойкого стекла с пришлифованной пробкой по ГОСТ 25336—82»;

дополнить абзацем (после пятого):

«Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82»;

шестой абзац. Заменить обозначение: 1—25 на 1—25 — 2;

тринадцатый абзац после слов «Натрия гидроокись» дополнить словами: «(натрия гидроксид)»;

пятнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 1625—75 на ГОСТ 1625—89.

Пункт 3.5.2. Первый абзац. Заменить слова: «1 г гидросульфита натрия взвешивают в бюксе с притертой крышкой» на «Около 1 г гидросульфита натрия взвешивают в стаканчике для взвешивания»;

третий абзац. Заменить слово: «бюксы» на «стаканчика для взвешивания».

Пункт 3.5.3. Предпоследний и последний абзацы изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4 %.

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

При получении результатов анализа в пределах 93,0 — 93,2 (для продукта высшего сорта) и 86,0 — 86,1 (для продукта первого сорта) необходимо проведение одного дополнительного определения. В этом случае за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,75$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.6.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³»;

пятый абзац изложить в новой редакции:

«Пипетка вместимостью 25 см³»;

седьмой абзац. Заменить обозначение: 1 — 25 на 1 — 25 — 2;

дополнить абзацем (после седьмого):

«Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82»;

восемнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 1625—75 на ГОСТ 1625—89.

Пункт 3.6.2. Первый абзац. Заменить слова: «Взвешивают 2 г гидросульфита натрия» на «Около 2 г гидросульфита натрия взвешивают в стаканчике для взвешивания».

Пункт 3.6.3. Последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,02 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,04$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.7.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Фотоэлектроколориметры типов ФЭК-М, КФК-2 по ГОСТ 12083—78 или аналогичного типа»;

третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Бюретка вместимостью 5 см³».

(Продолжение см. с. 29)

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт 21 4231 0120	Первый сорт 21 4231 0130
1. Внешний вид	Белый с сероватым оттенком порошок	
2. Массовая доля гидросульфита натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$), %, не менее	93,0	86,0
3. Массовая доля окиси железа (Fe_2O_3), %, не более	0,03	0,10
4. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,1	1,0

Примечание. Гидросульфит натрия высшего сорта, предназначенный для медицинской и пищевой промышленности, должен быть изготовлен с массовой долей сернистого натрия (Na_2S) не более 0,10% и массовой долей цинка (Zn) не более 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Гидросульфит натрия относится к веществам третьего класса опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007—76.

1а.2. Токсичность гидросульфита натрия обуславливается выделением из него при взаимодействии с водой сернистого ангидрида.

Токсичной является пыль гидросульфита натрия.

1а.3. Предельно допустимая концентрация сернистого ангидрида в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 10 мг/м³ по ГОСТ 12.1.005—88.

1а.4. Гидросульфит натрия — взрывобезопасен. Пожароопасен при действии на продукт воды в присутствии кислорода воздуха, что приводит к реакции, сопровождающейся выделением большого количества тепла и самовозгоранием выделившейся серы.

Тушение загоревшегося продукта производят распыленной водой и воздушно-механической пеной.

1а.5. Производственные помещения в лаборатории, в которых проводится работа с гидросульфитом натрия, должны быть оборудованы эффективной приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88, и санитарно-бытовыми помещениями.

Пипетка вместимостью 10 см³»;

шестой абзац изложить в новой редакции:

«Колба типа Кн исполнения 1, вместимостью 250 см³ из термически и химически стойкого стекла с пришлифованной пробкой по ГОСТ 25336—82»;

седьмой абзац. Заменить обозначение: 1—5(50) на 1—5(50)—2;

дополнить абзацем (после восьмого):

«Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82»;

десятый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5456—79»;

дополнить абзацем (после четырнадцатого):

«О-фенантролин, раствор готовят следующим образом: 0,5 г препарата растворяют в 250 см³ воды. Раствор хранят в склянке из оранжевого стекла».

Пункт 3.7.2. Второй абзац. Заменить слова: «раствор сравнения» на «контрольный раствор»;

третий абзац. Заменить слова: «к раствору сравнения» на «к контрольному раствору».

Пункт 3.7.3. Первый абзац. Заменить слова: «1 г гидросульфита натрия взвешивают» на «Около 1 г гидросульфита натрия взвешивают в стаканчике для взвешивания», «в коническую колбу вместимостью 200 см³» на «в коническую колбу вместимостью 250 см³».

Пункт 3.7.4. Последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,003 %»;

дополнить абзацем:

«Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,006$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.8.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Пипетка вместимостью 10 см³»;

пятый абзац изложить в новой редакции:

«Колба типа Кн исполнения 1, вместимостью 50(250) см³ из термически и химически стойкого стекла с пришлифованной пробкой по ГОСТ 25336—82»;

шестой абзац. Заменить обозначение: 1—5(25, 100) на 1—5(25, 100)—2;

дополнить абзацами (после шестого):

«Секундомер.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82»;

десятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 11293—78 на ГОСТ 11293—89.

Пункт 3.8.3. Последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов

(Продолжение см. с. 30)

двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,01 %»;

дополнить абзацем:

«Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,02$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 3.9.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Тигель ТФ ПОР 10 ХС или ТФ ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336—82. Для удаления растворяющихся участков новой фильтрующей пластинки, искажающих получаемый результат, новые фильтры следует дважды промыть раствором соды (Na_2CO_3) с массовой долей 10 — 15 % при температуре 50 — 70 °С, затем промыть дистиллированной водой при температуре 50—60 °С до отсутствия щелочной реакции по фенолфталеину и высушить»;

дополнить абзацами (после шестого):

«Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Шкаф сушильный с погрешностью регулирования температуры $\pm 2,5$ °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82 с герметично шлифованной крышкой, заполненный силикагелем по ГОСТ 3956—76, активной окисью алюминия или хлористым кальцием, предварительно прокаленным при 250—300 °С в течение 1—2 ч».

Пункт 3.9.2. Первый абзац. Заменить слова: «10 г гидросульфита натрия взвешивают» на «Около 10 г гидросульфита натрия взвешивают в стаканчике для взвешивания».

Пункт 3.9.3. Последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,03 %»;

дополнить абзацем:

«Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,06$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Пункт 4.3. Первый абзац после слова «ярылки» дополнить словами: «или несмываемой краской на крышку барабана»; заменить слова: «Бойт-ся сырости» на «Беречь от влаги»; дополнить словами: «серийный номер ООН 1384».

Пункт 4.5. Третий абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 21929—76.

(ИУС № 7 1998 г.)

1а.б. Работа с гидросульфитом натрия должна проводиться в специальной одежде в соответствии с ГОСТ 12.4.016—83 и нормами, утвержденными в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Гидросульфит натрия принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим качественным показателям, в массе не более грузоподъемности одного вагона, сопровождаемый одним документом о качестве.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

количество мест в партии;

обозначение настоящего стандарта;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта; подтверждение о нанесении на упаковку знака опасности по ГОСТ 19433—88.

2.2. Для проверки гидросульфита натрия на соответствие требованиям настоящего стандарта от партии отбирают 5% барабанов, но не менее двух при партии менее 50 барабанов.

Для контроля качества гидросульфита натрия, находящегося в движении, пробы отбирают механизированным или ручным способом в местах перепада потока с периодом отбора, обеспечивающим получение точечной пробы массой 0,2 кг от 5 т продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят по нему повторный анализ на удвоенной выборке от той же партии.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы от упакованного продукта отбирают при помощи шупа, погружая его не менее чем на $\frac{3}{4}$ глубины барабана по вертикальной оси. Масса точечной пробы от каждого барабана не должна быть менее 0,2 кг.

3.2. Точечные пробы соединяют вместе, быстро и тщательно перемешивают и методом квартования получают объединенную массу не менее 0,5 кг.

3.3. Объединенную пробу гидросульфита натрия помещают в чистую сухую стеклянную плотно закрываемую банку. На банку наклеивают этикетку со следующими обозначениями: наименования продукта, наименования предприятия-изготовителя, номера партии, даты отбора пробы. Кроме того, на этикетке должна быть надпись: «Воспламеняется от воды».

3.4. Внешний вид определяют визуально

3.5. Определение массовой доли гидросульфита натрия

3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Пипетка градуированная вместимостью 50 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Колба мерная 1—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба коническая вместимостью 500 см³.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Иод по ГОСТ 4159—79, раствор концентрации $c(I_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей уксусной кислоты 1%.

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

Натрий серноватистоокислый (тисульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(NaOH) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Формалин технический по ГОСТ 1625—89, раствор 2 : 1, нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроксида натрия, выпавший осадок гидроксида железа отфильтровывают после предварительного нагревания раствора до 70—80 °С.

Допускается применение импортной посуды по классу точности не ниже отечественных аналогов.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.5.2. *Проведение анализа*

1 г гидросульфита натрия взвешивают в бюксе с притертой крышкой, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, добавляют 15 см³ раствора формалина, перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения навески.

Если раствор становится бесцветным, то добавляют несколько капель раствора гидроокиси натрия до появления розового окрашивания.

Содержимое бюксы переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем водой до метки и перемешивают.

50 см³ этого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, прибавляют четыре капли раствора фенолфталеина, уксусную кислоту до обесцвечивания раствора, избыток ее тщательно нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до слабо-розового окрашивания. Затем приливают раствор йода до красно-бурого цвета, избыток йода удаляют сернистокислым натрием в присутствии 2 см³ раствора крахмала, прибавляют дополнительно две капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot 0,003482 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50},$$

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

0,003482—масса гидросульфита натрия, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм³, г;

m —масса навески гидросульфита натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4% ($P=0,95$). При получении результатов анализа в пределах величин 93,0—93,2 (для продукта высшего сорта) и 86,0—86,1 (для первого сорта) необходимо проведение одного дополнительного определения.

В этом случае за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, расхож-

дение между крайними значениями которых не должно превышать 0,5% ($P=0,95$).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3):

3.6. Определение массовой доли сернистого натрия

3.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Воронка В-56—110 ХС или В-75—110 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колба коническая Кн-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82 с притертой пробкой.

Пипетка градуированная вместимостью 25 см³.

Стакан В-1—100 ТХС или В-1—150 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Допускается применение импортной посуды по классу точности не ниже отечественной.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Йод по ГОСТ 4159—79, раствор концентрации c ($1/2 J_2$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.); готовят разбавлением раствора концентрации c ($1/2 J_2$) = 0,1 моль/дм³, приготовленного по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с массовой долей уксусной кислоты 10%.

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

Натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.2—83.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, раствор с массовой долей углекислого натрия 10%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей гидроокиси натрия 5%.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1%, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Формалин технический по ГОСТ 1625—89, раствор 2:1, нейтрализованный по фенолфталеину раствором гидроокиси натрия; выпавший осадок гидроокиси железа отфильтровывают после предварительного нагревания раствора до 70—80 °С.

Цинк сернистый 7-водный по ГОСТ 4174—77, раствор с массовой долей сернистого цинка 10%.

Суспензию углекислого цинка готовят следующим образом: 10 см³ сернистого цинка смешивают с 10 см³ раствора углекислого натрия и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Суспензию готовят перед употреблением.

3.6.2. Проведение анализа

Взвешивают 2 г гидросульфита натрия, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, наливают 15 см³ раствора формалина и полностью растворяют, перемешивая раствор стеклянной палочкой. Если он при этом обесцвечивается, то добавляют несколько капель раствора гидроксида натрия до появления малиновой окраски. Затем приливают 20 см³ суспензии углекислого цинка, перемешивают и отфильтровывают осадок через бумажный фильтр «красная лента». Осадок на фильтре промывают водой до тех пор, пока промывная вода в присутствии крахмала от 1—2 капель раствора йода не окрасится в синий цвет.

Осадок с фильтром переносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³ и прибавляют 20 см³ уксусной кислоты. После растворения осадка вносят 25 см³ раствора йода, встряхивают и ставят в темное место. Через 15 мин титруют избыток йода раствором серноватистокислого натрия до появления светло-желтой окраски, затем добавляют несколько капель раствора крахмала и продолжают титрование до полного обесцвечивания фильтра и раствора.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов, но без анализируемого продукта.

3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю сернистого натрия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0003903 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

· 0,0003903— масса сернистого натрия, соответствующая 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации точно $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01$ моль/дм³, г;

m — масса навески гидросульфита натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02% при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.6.1—3.6.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7. Определение массовой доли окиси железа

3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотоэлектроколориметры типов ФЭК-М, ФЭК-56М, КФК или аналогичного типа.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Бюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетка градуированная вместимостью 10 см³.

Колба мерная 2—50 (200)—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба коническая вместимостью 250 см³.

Цилиндр 1—5 (50) по ГОСТ 1770—74.

Бумага конго красная (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, водный раствор с массовой долей гидрохлорида гидроксиламина 10%.

Квасцы железоаммонийные (железо III-аммоний сернокислый), раствор, содержащий 1 см³ железа (Fe^{+3}) в 1 см³ раствора, готовят по ГОСТ 4212—76; 10 см³ приготовленного раствора разбавляют раствором соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.), до 1 дм³; 1 см³ полученного раствора содержит 0,01 мг железа—раствор А; раствор А пригоден только в день приготовления.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ и 0,01 моль/дм³ (1 и 0,01 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор с массовой долей уксуснокислого натрия 34%.

2,2'-дипиридил (α, α' -дипиридил), раствор с массовой долей 2,2'-дипиридила 0,5%, готовят следующим образом: 0,5 г препарата растворяют в 95 см³ горячей воды с добавлением 5 см³ раствора соляной кислоты, концентрации 0,01 моль/дм³. Раствор хранят в склянке из оранжевого стекла.

о-фенантролин.

Допускается применение импортной посуды по классу точности не ниже отечественной.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения:

в мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают из бюретки соответственно 0,50; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 см³ раствора А. Объем раствора в колбе доводят водой до 25 см³. В каждую колбу последовательно приливают 3 см³ раствора гидрохлорида гидросиламина, раствор уксуснокислого натрия до перехода цвета индикаторной бумаги в чисто-красный и 3 см³ раствора о-фенантролина или 3 см³ раствора 2,2'-дипиридила. После добавления каждого реактива содержимое колб перемешивают. Объем растворов в колбах доводят водой до метки и перемешивают. Полученные растворы сравнения соответственно содержат 0,005; 0,01; 0,015; 0,02; 0,025; 0,03; 0,035; 0,04 мг железа. Одновременно готовят раствор сравнения, в который приливают все реактивы, кроме раствора А.

Оптические плотности полученных растворов измеряют через 10—15 мин на фотоэлектроколориметре (на левом барабане) по отношению к раствору сравнения в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь зеленым светофильтром (длина волны 490—540 нм). По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в растворах сравнения массы железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им оптические плотности.

3.7.3. Проведение анализа

1 г гидросульфита натрия взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 200 см³, приливают 30 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят при умеренном нагревании 30 мин. После охлаждения содержимое колбы переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, объем раствора доводят водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают пипеткой 10 см³ фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см³. Объем раствора в колбе доводят водой до 25 см³ и последовательно приливают 3 см³ раствора гидрохлорида гидросиламина, раствор уксуснокислого натрия до перехода цвета индикаторной бумаги в чисто-красный и 3 см³ раствора о-фенантролина или 3 см³ раствора 2,2'-дипиридила. После до-