# ГОСТ 4139-75 Калий роданистый. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 4139-75

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КАЛИЙ РОДАНИСТЫЙ

Технические условия

Reagents. Potassium thiocyanate. Specifications

ОКП 26 2113 0840 04

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, 3.М.Ривина, 3.М.Сульман, Л.В.Кидиярова, Г.И.Федотова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.04.75 N 1027

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4139-65

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
| ГОСТ 1277-75 | 3.2.1 |
| ГОСТ 1770-74 | 3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.7.1, 3.10.1 |
| ГОСТ 3885-73 | 2.1, 3.1, 4.1 |
| ГОСТ 4159-79 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4204-77 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4212-76 | 3.7.1, 3.10.1 |
| ГОСТ 4232-74 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4461-77 | 3.2.1 |
| ГОСТ 4517-87 | 3.2.1, 3.4.1, 3.7.1 |
| ГОСТ 4919.1-77 | 3.4.1 |
| ГОСТ 6709-72 | 3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.7.1 |
| ГОСТ 10555-75 | 3.8 |
| ГОСТ 10671.4-74 | 3.7.1 |
| ГОСТ 10671.5-74 | 3.5 |
| ГОСТ 10671.7-74 | 3.6 |
| ГОСТ 17319-76 | 3.9 |
| ГОСТ 19433-88 | 4.1 |
| ГОСТ 25336-82 | 3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.7.2 |
| ГОСТ 25794.2-83 | 3.4.1 |
| ГОСТ 25794.3-83 | 3.2.1 |
| ГОСТ 27025-86 | 3.1а |
| ГОСТ 27067-86 | 3.2.1 |
| ТУ 6-09-5359-88 | 3.2.1 |

5. Снято ограничение срока действия по решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1994 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., декабре 1990 г. (ИУС 3-86, 3-91)

Настоящий стандарт распространяется на роданистый калий, представляющий собой бесцветные кристаллы (в массе - белого цвета), растворимые в воде и расплывающиеся на воздухе.

Формула KCNS.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 97,18.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

1.1. По физико-химическим показателям роданистый калий должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
| Наименование показателя | Норма |
|  | Химически чистый (х.ч.)ОКП 26 2113 0813 01 | Чистый для анализа (ч.д.а.)ОКП 26 2113 0842 02 | Чистый (ч.)ОКП 26 2113 0841 03 |
| 1. Массовая доля роданистого калия (KCNS), %, не менее | 99 | 99 | 98 |
| 2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более | 0,003 | 0,005 | 0,010 |
| 3. Массовая доля веществ, окисляемых йодом (S), % не более | 0,001 | 0,002 | 0,010 |
| 4. Массовая доля сульфатов (SO), не более | 0,005 | 0,010 | 0,020 |
| 5. Массовая доля хлоридов (Сl), %, не более | 0,005 | 0,010 | 0,020 |
| 6. Массовая доля солей аммония (NH), %, не более | 0,001 | 0,002 | 0,005 |
| 7. Массовая доля железа (Fe), %, не более | 0,0001 | 0,0001 | 0,0002 |
| 8. Массовая доля тяжелых металлов (Рb), %, не более | 0,0002 | 0,0005 | 0,0010 |
| 9. Массовая доля натрия (Na), %, не более | 0,02 | 0,02 | Не нормируется |

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Роданистый калий токсичен при попадании внутрь. Раздражает кожу.

2а.2. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией.

2а.1; 2а.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

2а.3. При проведении анализа роданистого калия с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

2а.4. При работе с препаратом применяют средства защиты: спецодежду, защитные очки, резиновые перчатки, респираторы типа "Лепесток".

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания к методам анализа - по ГОСТ 27025-86.

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

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 205 г.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.2. Определение массовой доли роданистого калия

3.2.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

аммоний роданистый по ГОСТ 27067-86, раствор концентрации (NHSCN)=0,1 моль/дм(0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3-83;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные) по ТУ 6-09-5359-88, насыщенный раствор;

кислота азотная по ГОСТ 4461-77, раствор с массовой долей 25%; готовят по ГОСТ 4517-87;

серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277-75, раствор концентрации (AgNO)=0,1 моль/дм(0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3-83;

бюретка вместимостью 25 см с ценой деления 0,1 или 0,05 см;

колба Кн-2-250-34 по ГОСТ 25336-82;

пипетки вместимостью 1, 2, 10 и 50 см;

цилиндр 1(3)-25(50) по ГОСТ 1770-

74.

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,3000 г препарата помещают в колбу и растворяют в 25 см воды. К раствору прибавляют пипеткой 50 см раствора азотно-кислого серебра, 10 см раствора азотной кислоты, 1 см раствора железоаммонийных квасцов, перемешивают и медленно, при энергичном взбалтывании, титруют из бюретки раствором роданистого аммония до появления неисчезающей слабо-оранжевой окраски жидкости над осадком.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю роданистого калия () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора азотно-кислого серебра концентрации точно 0,1 моль/дм, прибавленный к анализируемому раствору, см;

 - объем раствора роданистого аммония концентрации точно 0,1 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

 - масса навески препарата, г;

0,009718 - масса роданистого калия, соответствующая 1 см раствора азотно-кислого серебра концентрации точно 0,1 моль/дм, 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 ±0,6% при доверительной вероятности =0

,95.

3.2.1-3.2.3. (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 6709-72;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336-82;

стакан В(Н)-1-250 ТХС по ГОСТ 25336-82;

цилиндр 1(3)-100(250) то ГОСТ 1770-74.

3.3.2. Проведение анализа

30,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 100 см воды, стакан 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 до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают пять раз по 10 см 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" - 1,0 мг;

для препарата "чистый для анализа" - 1,5 мг;

для препарата "чистый" - 3,0 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±40% для препаратов квалификации "химически чистый" и "чистый для анализа" и ±20% для препарата квалификации "чистый" при доверительной вероятности =0,95.

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

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

3.4.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

йод по ГОСТ 4159-79, раствор концентрации (J)=0,01 моль/дм (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.2-83;

калий йодистый по ГОСТ 4232-74;

кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор с массовой долей 10%; готовят по ГОСТ 4517-87;

крахмал растворимый, раствор с массовой долей 0,5%, готовят по ГОСТ 4919.1-77;

бюретка вместимостью 2 см с ценой деления 0,1 см или вместимостью 3 см;

колба Кн-2-100-22 ТХС по ГОСТ 25336-82;

пипетка вместимостью 1 или 2 см;

цилиндр 1(3)-25(50) по ГОСТ 1770-7

4.

3.4.2. Проведение анализа

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

3.4.3. Обработка результатов

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

,

где  - объем раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

 - масса навески препарата, г;

0,00016 - масса серы (S), соответствующая 1 см раствора йода концентрации точно 0,01 моль/дм, г.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30% для препарата квалификации "химически чистый", ±15% для препарата квалификации "чистый для анализа" и ±5% для препарата квалификации "чистый" при доверительной вероятности =0,9

5.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 0,50 г препарата растворяют в 25 смводы 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.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7-74.

При этом 0,50 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см и растворяют в 25 смводы. К раствору прибавляют 6 см раствора азотной кислоты и осторожно нагревают в вытяжном шкафу на песчаной бане или электроплитке. После прекращения бурной реакции раствор кипятят и упаривают до  первоначального объема. Перед концом упаривания стенки стакана обмывают небольшим количеством воды. Раствор охлаждают, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом без добавления раствора азотной кислоты.

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

для препарата "химически чистый" - 0,025 мг,

для препарата "чистый для анализа" - 0,050 мг,

для препарата "чистый" - 0,100 мг.

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

3.3.1-3.6. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.7. Определение массовой доли солей аммония

3.7.1. Реактивы, растворы и аппаратура:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

натрия гидроокись, раствор с массовой долей 20%, не содержащий NH; готовят по ГОСТ 4517-87;

раствор, содержащий NH; готовят по ГОСТ 4212-76;

реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517-87;

прибор для отделения аммиака дистилляцией по ГОСТ 10671.4-74;

цилиндр 2-100 по ГОСТ 1770-74;

пипетка вместимостью 2 см.

3.7.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу (К-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82) прибора для отделения аммиака дистилляцией, растворяют в 50 см воды. К полученному раствору прибавляют 20 см раствора гидроокиси натрия, колбу соединяют с холодильником и отгоняют 50 см жидкости в цилиндр, содержащий 50 см воды. К полученному раствору прибавляют 2 см 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,

для препарата "чистый для анализа" - 0,02 мг NH,

для препарата "чистый" - 0,05 мг NH
и 2 см реактива Нессле

ра.

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555-75.

При этом 10,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см, растворяют в 20 см воды и далее определение проводят фотометрически сульфосалициловым методом.

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

для препарата "химически чистый" - 0,010 мг;

для препарата "чистый для анализа" - 0,010 мг;

для препарата "чистый" - 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально в объеме 28 см, растворяя навеску препарата в 15 см воды.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.7.1; 3.7.2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319-76.

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

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов (Pb) 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).

3.10. Определение массовой доли натрия

3.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

Фотометр пламенный на основе спектрографа ИСП-51 с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1, с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр "Сатурн";

баллон с ацетиленом или пропан-бутан бытовой в баллонах;

воздух для питания контрольно-измерительных приборов;

горелка;

распылитель;

колба 2-100-2 по ГОСТ 1770-74;

пипетки вместимостью 5, 20 и 25 см;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная;

раствор, содержащий натрий; готовят по ГОСТ 4212-76; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации 0,1 мг/см натрия - раствор А;

калий роданистый по настоящему стандарту с установленным содержанием натрия, раствор с массовой долей 5% - раствор Б.

Все исходные растворы и растворы сравнения следует хранить в кварцевой или полиэтиленовой посуде.

3.10.2. Приготовление анализируемых растворов

1,00 г препарата помещают в мерную колбу и растворяют в воде. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.10.3. Приготовление растворов сравнения

В пять мерных колб помещают по 20 см раствора Б и вводят объемы раствора А, указанные в табл.2. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
| Номер раствора сравнения | Объем раствора А, см | Масса натрия в 100 см раствора сравнения, мг | Массовая доля натрия в пересчете на препарат, % |
| 1 | - | - | - |
| 2 | 1,0 | 0,10 | 0,010 |
| 3 | 1,5 | 0,15 | 0,015 |
| 4 | 2,0 | 0,20 | 0,020 |
| 5 | 2,5 | 0,25 | 0,025 |

3.10.1-3.10.3. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.10.4. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na - 589,0-589,6 нм, возникающих в спектре пламени смеси ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примесей и повторяют фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей. После этого вычисляют среднее арифметическое значение показаний для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения. После каждого замера распыляют воду.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.10.5. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, на оси абсцисс - массовую долю примеси натрия в пересчете на препарат в процентах.

Массовую долю натрия в препарате в процентах находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10% при доверительной вероятности =0,95.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 2т-1, 2т-2, 2т-4, 2-9 (обернутые в светонепроницаемую бумагу), 11-1 (помещенные в картонные барабаны) и 11-6.

По требованию потребителя банки дополнительно герметизируют заливкой смесью парафина с полиэтиленом.

Группа фасовки: III, IV, V, VI и VII.

На тару наносят классификационный шифр 9153 по ГОСТ 19433-88.

(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 калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5.1; 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Разд.6. (Исключен, Изм. N 1).