ГОСТ 10690—73

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ (ПОТАШ)

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.311:006.354 Группа Л13

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ (ПОТАШ)

Технические условия

ГОСТ 10690—73

Potassium carbonate for industrial use. Specifications

МКС 71.060.50
ОКП 21 3131

Дата введения с 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на кальцинированный и полутораводный технический углекислый калий (поташ), предназначенный для строительства, стекольной, электровакуумной, химической и других отраслей промышленности.

Настоящий стандарт устанавливает требования к техническому кальцинированному и полутораводному углекислому калию, изготовляемому для нужд народного хозяйства и для экспорта.

Формула кальцинированного углекислого калия: K_2CO_3.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 138,213.

Формула полутораводного углекислого калия: $K_2CO_3 \cdot 1{,}5H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 165,236.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. По физико-химическим показателям кальцинированный и полутораводный углекислый калий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для сорта		
	1-го	2-го	3-го
1. Массовая доля углекислого калия (K_2CO_3), %, не менее	98,0	94,0	92,5
2. Массовая доля натрия в пересчете на Na_2CO_3, %, не более	0,6	3,2	5,0
3. Массовая доля хлоридов в пересчете на хлор-ион, %, не более	0,05	1,0	2,0
4. Массовая доля сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион, %, не более	0,4	0,6	0,9
5. Массовая доля железа в пересчете на Fe_2O_3, %, не более	0,001	0,005	Не нормируется

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1973
© Стандартинформ, 2006

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма для сорта		
	1-го	2-го	3-го
6. Массовая доля алюминия в пересчете на Al_2O_3, %, не более	0,25	0,8	1,0
7. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	0,05	0,10	Не нормируется
8. Массовая доля потери массы при прокаливании при 500 °С, %, не более:			
для кальцинированного	5,0	5,0	5,0
для полутораводного	18,5	20,0	20,0

Примечания:

1. Нормы по показателям подпунктов 1—7 таблицы даны в пересчете на прокаленное вещество. Показатель подпункта 8 при отгрузке продукта навалом нормируется на момент отгрузки.

2. Углекислый калий, предназначенный для производства электровакуумного стекла, хрусталя, оптического и медицинского стекла, не должен содержать сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион более 0,3 %.

3. Содержание окиси хрома (Cr_2O_3) и пятиокиси ванадия (V_2O_5) в углекислом калии, предназначенном для производства электровакуумного, оптического и сортового стекла, согласовывается между предприятием-изготовителем и предприятием-потребителем и указывается в сопроводительной документации.

4. Кальцинированный углекислый калий 1-го сорта, предназначенный для электровакуумной промышленности, должен иметь массовую долю потери массы при прокаливании при 500 °С не более 0,6 % и следующий гранулометрический состав: массовая доля продукта, прошедшего через сито с сеткой № 1К по ГОСТ 6613 — 100 %; массовая доля остатка на сите с сеткой № 01К по ГОСТ 6613 — не менее 85 %.

С 01.01.91 кальцинированный углекислый калий 1-го сорта, предназначенный для электровакуумной промышленности, должен иметь массовую долю углекислого калия не менее 98,5 %, массовую долю хлоридов в пересчете на хлор-ион не более 0,01 % и массовую долю сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион не более 0,1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

1.2. Коды ОКП для каждого сорта и вида технического углекислого калия должны соответствовать табл. 2.

Таблица 2

Наименование вида и сорта продукта	Код ОКП
Полутораводный:	21 3131 0100
1-й сорт	21 3131 0130
2-й сорт	21 3131 0140
3-й сорт	21 3131 0150
Кальцинированный для электровакуумной промышленности:	21 3131 0200
1-й сорт	21 3131 0230
Кальцинированный:	21 3131 0300
1-й сорт	21 3131 0330
2-й сорт	21 3131 0340
3-й сорт	21 3131 0350

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

1.3. Ионизирующее излучение калия является составляющей естественного радиационного фона и не ограничивается дозовыми пределами в соответствии с п. 1.3 НБР-76/87 «Нормы радиационной безопасности».

(Введен дополнительно, Изм. № 6).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Углекислый калий поставляют партиями. Партией считают продукт, однородный по своим качественным показателям, одновременно отправляемый в один адрес и сопровождаемый одним документом о качестве, в количестве не более 200 т.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта;

классификационный шифр 9163 по ГОСТ 19433;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 5).

2.2. Для проверки качества углекислого калия на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта отбирают пробу от 10 % мешков или контейнеров и от каждого вагона.

Допускается отбор проб у изготовителя с помощью механизированных или автоматизированных пробоотборников пересечением потока продукции при загрузке каждого 10 мешка, каждого контейнера или вручную пересечением потока продукта через каждые 4—5 мин.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ пробы, отобранной от удвоенного количества мешков той же партии.

Результаты повторных анализов распространяются на всю партию.

2.2; 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы из мешков отбирают щупом, погружая его по вертикальной оси мешка на $^3/_4$ глубины. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,2 кг.

Отбор проб из вагонов типа «хоппер» проводят щуром из каждого люка вагона. Допускается отбор проб механизированным или автоматизированным пробоотборником пересечением потока продукции через равные промежутки времени.

Масса точечной пробы, отобранной механизированным или автоматизированным пробоотборником, должна быть не менее 25 г, отобранной вручную совком — не менее 50 г.

Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и методом квартования сокращают до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг.

Полученную среднюю пробу помещают в чистую сухую стеклянную банку, плотно закрытую пробкой, или полиэтиленовый мешочек. На банку или полиэтиленовый мешочек наклеивают или прикрепляют этикетку с указанием: наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации х. ч., ч. д. а. или ос. ч.

Допускается применение аналогичной (в том числе импортной) лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности, а также импортных реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

Для проведения анализа по пп. 3.2, 3.4—3.8, 3.10, 3.11 отобранную пробу прокаливают при температуре 500 °С — 520 °С до постоянной массы, охлаждают и хранят в эксикаторе.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Определение массовой доли углекислого калия (K_2CO_3)

3.2.1. Аппаратура, реактивы, растворы:

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (стандартизованный по стандартному образцу соды кальцинированной технической или углекислому натрию в условиях титрования пробы, как указано в п. 3.2.2);

метиловый красный (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1 % в спирте;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, высший сорт;
весы лабораторные по ГОСТ 24104*, 2-го класса;
гири Г-2—210 по ГОСТ 7328**;
колба Ки-1—250—18 ТХС по ГОСТ 25336;
цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770;
бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;
стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
стандартный образец технической кальцинированной соды по ГСО 2404 или натрий углекислый, х. ч. по ГОСТ 83, ос. ч., х. ч. для спектрального анализа, прокаленные при 300 °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 6).

3.2.2. Проведение анализа

Взвешивают 2,0—2,5 г углекислого калия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ воды, нагревают до кипения, прибавляют 2—3 капли раствора метилового красного и титруют раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в малиновую (раствор сохраняют для определения алюминия).

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю углекислого калия K_2CO_3 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0691 \cdot 100}{m} - X_1 \cdot 1{,}3040,$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,0691 — масса углекислого калия в граммах, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно c (HCl) = 1 моль/дм³, г/см³;

X_1 — массовая доля натрия в пересчете на углекислый натрий, определенная по п. 3.3, %;

1,3040 — коэффициент пересчета углекислого натрия на углекислый калий;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,3 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.2.2, 3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.3. Определение массовой доли натрия в пересчете на Na_2CO_3

3.3.1. Применяемые реактивы, растворы и приборы:

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;
калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4221 или стандартный образец предприятия (СОП);
метол по ГОСТ 25664;
гидрохинон по ГОСТ 19627;
натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195;
калий бромистый по ГОСТ 4160;
натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
метолгидрохиноновый проявитель;
раствор 1, готовят следующим образом: 2 г метола, 10 г гидрохинона, 64 г безводного сернистокислого натрия растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³;
раствор 2, готовят следующим образом: 16 г безводного углекислого натрия и 2 г бромистого калия растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Равные объемы растворов 1 и 2 смешивают вместе перед проявлением;

кислый быстродействующий фиксаж; готовят следующим образом: 250 г серноватистокислого натрия и 50 г хлористого аммония растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³. Допускается применять контрастно работающий проявитель и фиксаж другого состава;

денсиметр общего назначения по ГОСТ 18481;

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 г. (здесь и далее).

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001 г. (здесь и далее).

спектрограф типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели с трехступенчатым ослабителем;

генератор высоковольтной искры любого типа (ИГ-3, ДГ-2, УГЭ-4, УБИ-1 и т. д.);

спектропроектор типа СП-18;

микрофотометр типов МФ-2, МФ-4 или ИФО-451 или любого типа;

спектрально-чистые угольные электроды диаметром 6 мм.

Верхний и нижний электроды должны иметь плоскую разрядную поверхность. Перед проведением анализа угли обжигают при силе тока 3—5 А в течение 30 с и проверяют на отсутствие в них примесей в условиях данной методики. При этом в спектре не должно быть линии Na —330,29 нм;

фотопластинки спектрографические типа ЭС, светочувствительность 10 единиц, или фотопластинки спектральные, типа II, чувствительностью 16.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.2. Приготовление растворов сравнения

Растворы сравнения готовят из реактивов безводного углекислого натрия (Na_2CO_3) и углекислого калия (K_2CO_3) или СОП.

Реактивы тонко растирают, высушивают при 105 °С—110 °С и прокаливают при 500 °С—550 °С до постоянной массы. Из прокаленных солей натрия и калия с учетом примеси углекислого натрия в реактиве углекислого калия, найденной по п. 3.3.3, готовят смеси со следующей массовой долей компонентов, %:

Na_2CO_3	K_2CO_3
0,10	99,90
0,20	99,80
0,50	99,50
1	99,00
2 . . . и т. д. до 8	98,00 . . . и т. д. до 92,00

Полученные смеси растворяют в воде до получения плотности растворов 1,300 г/см^3.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.3. Определение примеси углекислого натрия (Na_2CO_3) в реактиве углекислого калия или СОП (метод добавок)

Предварительно K_2CO_3 и Na_2CO_3 растирают и прокаливают до постоянной массы по п. 3.3.2. Готовят несколько образцов, вводя Na_2CO_3 в последовательно возрастающих количествах.

Первую добавку выбирают близко к предполагаемому содержанию Na_2CO_3 в реактиве K_2CO_3: $C_1 = C_x$; $C_2 = 2C_x$; $C_3 = 4\ C_x$ и т. д. (достаточно 3—4 добавок).

Каждую порцию K_2CO_3 а также порцию K_2CO_3 без добавки Na_2CO_3 растворяют в воде до получения плотности растворов 1,300 г/см^3.

Съемку полученных растворов и обработку фотопластинок проводят по пп. 3.3.4—3.3.5.

Строят график, откладывая по оси ординат разность почернений

$$\Delta S = S_{NA} - S_K,$$

где S_{NA} — почернение линии натрия (330,29 нм);

S_K — почернение линии калия (344,67 нм),

а по оси абсцисс — логарифм массовой доли добавки Na_2CO_3, выраженной в процентах.

С помощью полученного градуировочного графика по значению ΔS реактивы K_2CO_3 без добавки Na_2CO_3 определяют массовую долю примеси Na_2CO_3 в реактиве. За окончательный результат принимают среднеарифметическое не менее трех независимых анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3.4. Рекомендуемые условия съемки спектров

Напряжение — 220 В, сила тока — 3А, ширина щели — 0,03 мм, диафрагма на промежуточном конденсоре — 3 мм, расстояние между электродами — 3 мм, время экспозиции зависит от чувствительности фотопластинок.

3.3.5. Построение градуировочных графиков

После обжига электродов на плоскую поверхность нижнего электрода пипеткой наносят каплю раствора сравнения, которую сжигают в течение 5 с, затем наносят вторую каплю, третью, при необходимости четвертую. На пластинке экспозиция должна быть прерывистая: 3—4 капли через

каждые 5 с. На этой же пластинке описанным способом сжигают все растворы сравнения (по 2 параллельных измерения каждого раствора).

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют и фиксируют в течение времени, указанного на упаковке фотопластинок, промывают в проточной воде и сушат на воздухе. Затем фотопластинку рассматривают под спектропроектором. Проводят фотометрирование спектральных линий, измеряя почернение аналитических линий натрия S_{NA} и калия S_K, пользуясь логарифмической шкалой. Вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{NA} - S_K$. По значениям растворов сравнения строят градуировочные графики в координатах: разность почернений ΔS — логарифм массовой доли углекислого натрия, выраженной в процентах.

3.3.4—3.3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.3.6. Проведение анализа

20—30 г анализируемой пробы углекислого калия растворяют в воде до получения плотности раствора 1,300 г/см^3.

Съемку спектров, обработку и фотометрирование фотопластинок проводят по пп. 3.3.4—3.3.5.

Используя градуировочный график, находят значения логарифма массовой доли углекислого натрия (Na_2CO_3), соответствующее полученному значению ΔS. С помощью таблиц логарифмов находят значение массовой доли углекислого натрия (X_8) в процентах.

При содержании в пробе технического углекислого калия углекислого натрия (Na_2CO_3) менее, чем в реактивном углекислом калии марки х. ч., используемом для приготовления растворов сравнения, определение массовой доли натрия в пересчете на Na_2CO_3 проводят по методу добавок по п. 3.3.3 непосредственно из пробы.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительные расхождения между которыми не должны превышать допускаемые расхождения, равные для норм не более 1 % — 15 %, для норм от 1 % до 3 % — 10 %, для норм более 3 % — 5 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.4. Определение массовой доли хлоридов в пересчете на ион хлора

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.1. Аппаратура, реактивы, растворы:

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3;

кислота азотная по ГОСТ 4461;

аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор концентрации c (NH_4CNS) = 0,1 моль/дм^3;

аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные) по действующей нормативной документации, готовят следующим образом: 42 г железоаммонийных квасцов растирают в порошок и растирают в 100 см^3 воды. Насыщенный красноватый раствор быстро фильтруют через складчатый фильтр и к мутному фильтрату добавляют по каплям азотную кислоту до осветления раствора;

бумага лакмусовая нейтральная;

водорода перекись по ГОСТ 10929;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2 и 3-го классов;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328;

колба Кн-1—250—18 ТХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1—10, 1—100 по ГОСТ 1770;

бюретка 3—2—10—0,05 по ГОСТ 29251;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5, 6).

3.4.2. Проведение анализа

Взвешивают 9,8—10,0 г продукта первого сорта или 1,9—2,0 г продукта второго сорта или 0,9—1,0 г продукта третьего сорта (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 100 см^3 воды, 1—3 см^3 перекиси водорода, кипятят 5 мин, нейтрализуют азотной кислотой до прекращения выделения углекислого газа, прибавляют 1—2 см^3 избытка азотной кислоты и еще кипятят 5 мин до полного разложения перекиси водорода, охлаждают. Объем раствора должен быть 80—90 см^3.

К раствору из бюретки приливают 5—10 см^3 раствора азотнокислого серебра, 2 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и избыток азотнокислого серебра оттитровывают раствором роданистого аммония до появления устойчивой красноватой окраски раствора.

3.4.3. Массовую долю хлоридов в пересчете на ион хлора (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}003545 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³, взятый для анализа, см³;

V_1 — объем раствора роданистого аммония концентрации точно c (NH_4CNS) = 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка раствора азотнокислого серебра, см³;

0,003545 — масса хлор-иона в граммах, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³, г/см³;

m — масса навески углекислого калия, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительные расхождения между которыми не должны превышать допускаемые расхождения, равные для норм не более 0,05 %—15 %, для норм от 0,05 % до 1,0 %—10 %, для норм более 1,0 %—5 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускается определять массовую долю хлоридов в пересчете на ион хлора рентгеноспектральным методом (см. приложение).

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

3.4.2, 3.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.4а. Определение массовой доли хлоридов в пересчете на хлор-ион (для нормы не более 0,01 %)

3.4а.1. Аппаратура, реактивы, растворы:

кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³;

раствор, содержащий 1 мг хлор-иона в 1 см³; готовят по ГОСТ 4212 (раствор А); 1 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор Б); 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг хлор-иона (годен в течение суток);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

бумага универсальная (индикаторная);

фильтр обеззоленный «синяя лента»;

водорода перекись по ГОСТ 177, раствор с массовой долей 30 %;

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М (или других типов);

стакан Н-1—100 ТС по ГОСТ 25336;

колба мерная 1—50 (100)—2 по ГОСТ 1770;

цилиндр 1—5, 1—25 по ГОСТ 1770;

пипетка 2—2—5, 2—2—10 по ГОСТ 29227;

весы лабораторные 2-го и 3-го классов по ГОСТ 24104;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328.

(Измененная редакция, Изм. № 6).

3.4а.2. Проведение анализа

(10 ± 0,2) г продукта, прокаленного при температуре 500 °С до постоянной массы, взвешивают и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в воде, доводят объем водой до метки, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата. Фильтрат сохраняют для определения массовой доли сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион по п. 3.5б.

10 см³ фильтрата (1 г углекислого калия) переносят пипеткой в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 15 см³ воды, 5—7 капель перекиси водорода, кипятят в течение 3—5 мин. Раствор нейтрализуют азотной кислотой до pH 6—7 по универсальной индикаторной бумаге, дают 2 см³ ее избытка, кипятят 2—3 мин и охлаждают. Если раствор мутный, его фильтруют в мерную колбу вместимостью 50 см³, промывают фильтр 2—3 раза небольшим количеством нагретой до кипения воды. К переведенному в мерную колбу вместимостью 50 см³ раствору прибавляют 1 см³ раствора азотнокислого серебра, перемешивают, доводят водой до метки и опять перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме 0,1 мг хлор-иона (что соответствует 10 см³ раствора Б), 2 см³ азотной кислоты, 1 см³ азотнокислого серебра.

Через 20 мин измеряют оптические плотности анализируемого раствора и раствора сравнения по отношению к контрольному раствору, содержащему в том же объеме 2 см³ раствора азотной кис-

лоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра, при длине волны 480—490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Продукт считают соответствующим стандарту, если оптическая плотность анализируемого раствора углекислого калия не превышает оптической плотности раствора сравнения.

3.4а — 3.4а.2. **(Ведены дополнительно, Изм. № 5).**

3.5. Определение массовой доли сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион комплексонометрическим методом

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.5.1. Аппаратура, реактивы, растворы:

натрия гидроокись по ГОСТ 4328;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773;

аммоний односернистый, раствор по действующей нормативной документации или натрий сернистый по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей сернистого натрия 20 %;

барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор концентрации c ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 12,21 г хлористого бария растворяют в 300—400 см³ воды, фильтруют, если раствор мутный, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают;

магний хлористый по ГОСТ 4209, раствор c ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) = 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 10,17 г хлористого магния растворяют в 300—400 см³ воды, фильтруют, если раствор мутный, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают;

водорода перекись по ГОСТ 10929;

метиловый красный (индикатор), раствор с массовой долей индикатора в спирте 0,1 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1 по объему;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

этилендиамин-N, N, N′,N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, содержащий гидроокись натрия; готовят следующим образом: 18,62 г трилона Б растворяют при нагревании в 200—250 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Отдельно в небольшом количестве воды растворяют 4 г гидроокиси натрия и постепенно при перемешивании приливают к раствору трилона Б. Раствор в колбе доводят до метки водой, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют. Коэффициент поправки (титр) раствора трилона Б устанавливают в соответствии с ГОСТ 10398 по раствору соли цинка;

буферный раствор, готовят следующим образом: 67 г хлористого аммония растворяют при нагревании в 150 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 570 см³ водного раствора аммиака, 25 см³ раствора односернистого аммония или сернистого натрия, содержимое колбы доводят до метки водой и перемешивают;

хром темно-синий (индикатор), готовят следующим образом: 0,5 г хрома темно-синего растворяют при растирании в 10 см³ аммиачного буферного раствора (67 г хлористого аммония и 570 см³ раствора аммиака в 1 дм³ воды) и объем раствора доводят этиловым спиртом до 100 см³;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2 и 3-го классов;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328;

колба мерная 1—1000—2 по ГОСТ 1770;

стакан Н-1—250 ТС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1—10, 1—100, 1—500 по ГОСТ 1770;

фильтр обеззоленный «синяя лента»;

бюретка 3—2—25—0,1 по ГОСТ 29251;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336;

колба коническая Кн-1—250—18 ТХС по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4, 5, 6).

3.5.2. Проведение анализа

Взвешивают 4,8—5,0 г углекислого калия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 50 см³ воды, 2 см³ перекиси водорода, кипятят 5—7 мин, нейтрализуют соляной кислотой до прекращения выделения CO_2, прибавляют 1—2 см³ избытка соляной кислоты и кипятят 5—7 мин до полного раз-

ложения перекиси водорода. Объем раствора после всех описанных выше операций должен быть приблизительно 50 см³.

Содержимое стакана нейтрализуют по метиловому красному водным раствором аммиака до перехода окраски раствора в желтый цвет, прибавляют 3—4 капли избытка соляной кислоты, 15—30 см³ раствора хлористого бария, в зависимости от содержания сульфатов, доводят до кипения и выдерживают на песчаной или воздушной бане при температуре 90 °С—95 °С не менее 30 мин. Осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента», промывают 3—4 раза небольшими порциями водой, нагретой до кипения, давая каждый раз полностью стечь.

Осадок с фильтром переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют из бюретки, в зависимости от содержания сульфатов, 10—20 см³ раствора трилона Б, содержащего гидроокись натрия, 100 см³ воды кипятят приблизительно 10 мин. Раствор охлаждают, прибавляют 1 каплю раствора метилового красного, нейтрализуют соляной кислотой, прибавляют 10 см³ буферного раствора, 10—12 капель раствора хрома темно-синего и оттитровывают избыток трилона Б раствором хлористого магния до изменения окраски из синей в красную.

3.5—3.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.5.3. Обработка результатов

Массовую долю сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1 \cdot K) \cdot K_1 \cdot 0{,}004803 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, введенный в пробу, см³;

V_1 — объем раствора хлористого магния концентрации c ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) = 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, см³;

K — коэффициент пересчета объема раствора хлористого магния в кубических сантиметрах концентрации c ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) = 0,05 моль/дм³ на объем раствора трилона Б в кубических сантиметрах концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, установленный следующим образом: 10 см³ раствора трилона Б отбирают бюреткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 100 см³ воды, 1 каплю метилового красного, соляную кислоту до слабокислой реакции, 10 см³ буферного раствора, 10—12 капель раствора хрома темно-синего и титруют раствором хлористого магния до изменения окраски из синей в красную.

$$K = \frac{10}{V_2};$$

V_2 — объем раствора хлористого магния концентрации c ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) = 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование 10 см³ раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³, см³;

K_1 — коэффициент поправки (титр) раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³;

0,004803 — масса сульфат-иона в граммах, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль, дм³, г/см³;

m — масса навески углекислого калия, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.5а. Определение массовой доли сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион гравиметрическим методом

3.5а.1. Аппаратура, реактивы, растворы

кислота соляная по ГОСТ 3118;

барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей хлористого бария 10 %;

метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1 %;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей азотнокислого серебра 1 %;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высший сорт;

водорода перекись по ГОСТ 10929;
весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2 и 3-го классов;
гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328;
цилиндр 1—10 и 1—100 по ГОСТ 1770;
электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 800 °С—900 °С;
эксикатор по ГОСТ 25336;
силикагель технический по ГОСТ 3956, высушенный при 150 °С—180 °С;
фильтр обеззоленный «синяя лента»;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336;
стакан Н-1—250 ТС и Н-1—400 ТС по ГОСТ 25336;
тигли низкие 4 или 5 по ГОСТ 9147.

3.5а.2. Проведение анализа

Взвешивают 3—5 г углекислого калия, переносят в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 100 см^3 воды, прибавляют 5—7 капель перекиси водорода, нагревают до кипения и кипятят 5—7 мин, нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии метилового оранжевого, добавляют 2 см^3 избытка соляной кислоты, кипятят 5—7 мин до разложения перекиси водорода, фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промывают водой, нагретой до кипения, до отрицательной реакции на сульфат-ион (проба с хлористым барием), собирая фильтрат в стакан вместимостью 400 см^3.

Фильтрат упаривают до объема 200—220 см^3, нагревают до кипения и приливают медленно по каплям при перемешивании 10 см^3 нагретого до кипения раствора хлористого бария, кипятят 3—5 мин, накрывают стакан часовым стеклом и выдерживают на песчаной или воздушной бане при температуре 90 °С—95 °С не менее 2 ч.

Осадок отфильтровывают через двойной обеззоленный фильтр «синяя лента» и промывают водой, нагретой до кипения, до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора (проба с $AgNO_3$).

Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы тигель, осторожно подсушивают, озоляют без воспламенения, прокаливают при температуре (800 ± 20) °С до достижения постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

3.5а.3. Обработка результатов

Массовую долю сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион (X_3') в процентах вычисляют по формуле

$$X_3' = \frac{m_1 \cdot 0{,}4116 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса прокаленного осадка сернокислого бария, г;
0,4116 — коэффициент пересчета сернокислого бария на сульфат-ион;
m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускается определять массовую долю сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион рентгеноспектральным методом (см. приложение).

При разногласиях в оценке массовой доли сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион анализ проводят гравиметрическим методом.

3.5а—3.5а.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 4).**

3.5б. Определение массовой доли сернокислых солей в пересчете на сульфат-ион (для нормы не более 0,1 %)

3.5б.1. Аппаратура, реактивы растворы

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 %;
барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20 %;
раствор, содержащий 1 мг сульфат-иона в 1 см^3, готовят по ГОСТ 4212 (раствор А); 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор Б); 1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг сульфат-иона (годен в течение суток);
этиленгликоль по ГОСТ 10164,
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

бумага универсальная (индикаторная);
фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М (или других типов);
фильтры обеззоленные «синяя лента»;
колба Кн-1—100-ТХС по ГОСТ 25336;
цилиндр 1—5, 1—25 по ГОСТ 1770;
колба мерная 1—100—2 по ГОСТ 1770;
стакан Н-1—100 ТС по ГОСТ 25336;
пипетка 2—2—5 по ГОСТ 29227;
весы лабораторные 2-го класса по ГОСТ 24104;
гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

(Измененная редакция, Изм. № 6).

3.5б.2. Проведение анализа

5 $см^3$ фильтрата, полученного по п. 3.4а.2 (0,5 г углекислого калия), переносят пипеткой в стакан вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 20 $см^3$ воды, раствор нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге до pH 6—7 раствором соляной кислоты, дают 2 $см^3$ ее избытка и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают, переводят в коническую колбу на 100 $см^3$ с меткой на 50 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ этиленгликоля, перемешивают в течение 1 мин.

К полученному раствору прибавляют 3 $см^3$ раствора хлористого бария, снова перемешивают в течение 1 мин, доводят объем раствора водой до метки 50 $см^3$ и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме 0,5 мг сульфат-иона (что соответствует 5 $см^3$ раствора Б), 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, 2 $см^3$ этиленгликоля. Перемешивают в течение 1 мин, прибавляют 3 $см^3$ раствора хлористого бария, перемешивают в течение 1 мин, доводят объем раствора водой до метки 50 $см^3$ и перемешивают.

Через 40 мин измеряют оптические плотности анализируемого раствора и раствора сравнения по отношению к контрольному раствору, содержащему в том же объеме 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, 2 $см^3$ этиленгликоля и 3 $см^3$ раствора хлористого бария, при длине волны 480—490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Продукт считают соответствующим стандарту, если оптическая плотность анализируемого раствора углекислого калия не превышает оптической плотности раствора сравнения.

3.5б—3.5б.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 5).**

3.6. Определение массовой доли железа в пересчете на Fe_2O_3

3.6.1. Аппаратура, реактивы, растворы

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей аммиака 10 %;

кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/$см^3$ и раствор с массовой долей соляной кислоты 25 %;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

2.2'-Дипиридил или 1,10-фенантролин, раствор готовят следующим образом: 2,5 г 2,2'-дипиридила или 1,10-фенантролина растворяют в 25 $см^3$ теплого этилового спирта и разбавляют водой до 500 $см^3$;

кислота аскорбиновая, водный раствор с массовой долей аскорбиновой кислоты 5 % (раствор следует предохранять от воздействия света, воздуха и тепла, пригоден не более двух недель);

раствор железа, содержащий 1 мг Fe^{3+} в 1 $см^3$, готовят по ГОСТ 4212 (раствор А);

10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор Б); 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг Fe^{3+} (годен в течение суток);

кислота азотная по ГОСТ 4461;

бумага универсальная (индикаторная);

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 (или других видов) или спектрофотометр;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2 и 3-го классов;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328;

колбы мерные 1—100 (500, 1000) —2 по ГОСТ 1770;

бюретка 3—2—25—0,1 или 3—2—50—0,1 по ГОСТ ГОСТ 29251;

стакан Н-1—100 (250) ТС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1—10, 1—50 по ГОСТ 1770;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 6).

3.6.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию градуировочных растворов: в стаканы вместимостью 100 см³ вносят бюреткой 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ раствора Б, затем приливают в каждый до 20 см³ воды, по 2 см³ 25 %-ного раствора соляной кислоты, по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, по 5 см³ раствора 2,2′-дипиридила или 1,10-фенантролина и по 35—40 см³ воды. В полученных растворах устанавливают приблизительно pH 3,5 добавлением водного раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Затем растворы количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, объем их доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Полученные градуировочные растворы содержат соответственно 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 и 0,060 мг железа.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа, следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 2 см³ 25 %-ного раствора соляной кислоты и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, добавляют 5 см³ раствора 2,2′-дипиридила или 1,10-фенантролина, 35—40 см³ воды и устанавливают pH 3,5 добавлением водного раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге, доводят до метки водой, перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к раствору контрольного опыта на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения соответствует длине волны 520 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащееся в образцовых растворах количество железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

3.6.3. Проведение анализа

Взвешивают 1—10 г углекислого калия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 50 см³ воды, соляную кислоту плотностью 1,19 г/см³ до полной нейтрализации, дают 1—2 см³ избытка ее и кипятят 2—3 мин для удаления углекислого газа (если раствор остается мутным, прибавляют 0,5—1 см³ азотной кислоты и кипятят до осветления). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, прибавляют 5 см³ аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора 2,2′-дипиридила или 1,10-фенантролина, pH 3,5 раствора устанавливают добавлением водного раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге, доводят до метки водой, перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, приготовленному по п. 3.6.2, на фотоэлектроколориметре с применением зеленого светофильтра (при длине волны 500—540 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным, пользуясь градуировочным графиком, определяют количество железа в анализируемом растворе.

3.6.1—3.6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.6.4. Обработка результатов

Массовую долю железа в пересчете на Fe_2O_3 (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{a \cdot 1{,}4298 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m \cdot (100 - X_7)},$$

где m — навеска углекислого калия, г;

a — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

X_7 — потери в массе при прокаливании, определенные по п. 3.9, %;

1,4298 — коэффициент пересчета железа на окись железа.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускается определять массовую долю железа в пересчете на Fe_2O_3 рентгеноспектральным методом (см. приложение).

При разногласиях в оценке массовой доли железа в пересчете на Fe_2O_3 анализ проводят фотоколориметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.7. Определение массовой доли алюминия в пересчете на Al_2O_3

3.7.1. Аппаратура, реактивы, растворы

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей аммиака 10 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118 или кислота азотная по ГОСТ 4461;

кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217;

ксиленоловый оранжевый (индикатор);

индикаторная смесь: готовят следующим образом: растирают в ступке ксиленоловый оранжевый с азотнокислым калием в весовом отношении 1:100;

буферный раствор; готовят следующим образом: 96 см³ ледяной уксусной кислоты и 115 см³ водного раствора аммиака разбавляют водой до 1 дм³ (pH 5,5);

свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор концентрации c ($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) = = 0,025 моль/дм³, готовят следующим образом: 9,48 г $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ растворяют в 300—400 см³ воды, добавляют 2 см³ ледяной уксусной кислоты, доводят до 1000 см³ водой и перемешивают;

цинк азотнокислый по ГОСТ 5106, раствор концентрации c ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) = 0,025 моль/дм³, готовят следующим образом: 7,44 г $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ растворяют в 300—400 см³ воды с добавлением одной-двух капель азотной кислоты, доводят до 1000 см³ водой и перемешивают;

кислота азотная по ГОСТ 4461;

этилендиамин-N,N,N′, N′ — тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652 раствор концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в 300—400 см³ воды, фильтруют, если раствор мутный, затем переводят его в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают;

K — коэффициент поправки (титр) раствора трилона Б устанавливают в соответствии с ГОСТ 10398 по раствору соли цинка, отбирая для титрования 10 см³ раствора концентрации c (Zn^{2+}) = 0,05 моль/дм³.

Коэффициент поправки (титр) трилона Б (К) вычисляют по формуле

$$K = \frac{10 \cdot 2}{V},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

цинк сернокислый по ГОСТ 4174, раствор концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм³, готовят следующим образом: 7,19 г сернокислого цинка растворяют в 300—400 см³ воды, доводят до 1000 см³ водой и перемешивают;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2 и 3-го классов;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328;

цилиндр 1—10 и 1—500 по ГОСТ 1770;

колба мерная 1—1000—2 по ГОСТ 1770;

колба коническая Кн-1—250—18 ТХС по ГОСТ 25336;

бюретка 3—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

(Измененная редакция, Изм. № 6).

3.7.2. Проведение анализа

К раствору, оставшемуся после определения содержания углекислого калия (п. 3.2.2), добавляют 2 см³ соляной кислоты и кипятят 2—3 мин до полного выделения углекислоты. Затем добавляют из бюретки 5—25 см³ раствора трилона Б, снова нагревают до кипения, охлаждают, прибавляют на кончике шпателя индикаторную смесь, добавляют по каплям водный раствор аммиака до перехода окраски раствора в сиреневый цвет, добавляют 10 см³ буферного раствора (цвет раствора становится желтым) и титруют раствором уксуснокислого свинца или азотнокислого или сернокислого цинка до перехода окраски раствора в сиреневый цвет.

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю алюминия в пересчете на Al_2O_3 (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V_2 - V_1 \cdot K_1) \cdot K \cdot 0{,}001274 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора уксуснокислого свинца или азотнокислого или сернокислого цинка концентрации c ($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) = 0,025 моль/дм³ или c ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) = = 0,025 моль/дм³или c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, см³;

V_2 — объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, введенный в пробу для связывания алюминия в комплекс, см³;

K — коэффициент поправки (титр) раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times \times 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³;

0,001274 — масса окиси алюминия в граммах, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, г/см³;

K_1 — коэффициент пересчета объема раствора уксуснокислого свинца в кубических сантиметрах концентрации c ($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) = 0,025 моль/дм³ или азотнокислого цинка концентрации c ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) = 0,025 моль/дм³ или сернокислого цинка концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,025 моль/дм³ на объем раствора трилона Б в кубических сантиметрах концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, установленный следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают при помощи бюретки 10 см³ раствора трилона Б, добавляют 50 см³ воды, на кончике шпателя индикаторную смесь (раствор окрашивается в сиреневый цвет), 10 см³ буферного раствора (цвет раствора становится желтым) и титруют раствором уксуснокислого свинца (азотнокислого или сернокислого цинка) до изменения окраски раствора в сиреневый цвет.

$$K_1 = \frac{10}{V_3};$$

V_3 — объем раствора уксуснокислого свинца концентрации c ($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) = = 0,025 моль/дм³ или азотнокислого цинка концентрации c ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) = = 0,025 моль/дм³ или сернокислого цинка концентрации c ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) = = 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование 10 см³ раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,025 моль/дм³, см³;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускается определять массовую долю алюминия в пересчете на Al_2O_3 рентгеноспектральным методом (см. приложение).

При разногласиях в оценке массовой доли алюминия в пересчете на Al_2O_3 анализ проводят комплексонометрическим методом.

3.7.1—3.7.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.8. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

3.8.1а Аппаратура и реактивы

весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2 и 3-го классов;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328;

фильтр обеззоленный «синяя лента»;

бумага лакмусовая нейтральная;

электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 800 °С—900 °С;

эксикатор по ГОСТ 25336;

тигли низкие 4 и 5 по ГОСТ 9147;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336;

силикагель технический по ГОСТ 3956, высушенный при 150 °С—180 °С;

цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.8.1. Взвешивают 10—20 г углекислого калия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), растворяют в 200—300 см³ воды, нагретой до кипения, и кипятят до полного его растворения. Отстоявшийся раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» и промывают водой, нагретой до кипения, до исчезновения щелочной реакции (проба по лакмусовой бумаге).

В фарфоровый тигель, предварительно прокаленный при 800 °С—850 °С до постоянной массы, помещают остаток с фильтром, озоляют, прокаливают при температуре 800 °С—850 °С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.8.2. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого в воде остатка (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса тигля с навеской после прокаливания, г;

m_2 — масса пустого тигля, г;

m — масса навески углекислого калия, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.9. Определение массовой доли потерь в массе при прокаливании

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.9.1а. Аппаратура и реактивы

весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса;

гири Г-2—210 по ГОСТ 7328;

электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 800 °С—900 °С;

тигли низкие 3 или 4 по ГОСТ 9147 или тигли платиновые по ГОСТ 6563 № 100—7 с крышкой;

эксикатор по ГОСТ 25336;

силикагель технический по ГОСТ 3956, высушенный при 150 °С—180 °С;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

3.9.1. В тигле, предварительно прокаленном при 500 °С—520 °С до постоянной массы, взвешивают 5,0—5,2 г углекислого калия. Тигель с навеской, прикрытый крышкой, помещают в муфельную печь, нагретую до 105 °С—110 °С, и выдерживают при этой температуре 2 ч, затем поднимают температуру до 270 °С—300 °С и выдерживают при этой температуре 1 ч, далее поднимают температуру до 500 °С—520 °С и прокаливают до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе тигель с навеской взвешивают (результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.9.2. Обработка результатов

Потери в массе при прокаливании (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m — навеска углекислого калия, г;

m_1 — масса тигля с навеской до прокаливания, г;

m_2 — масса тигля с навеской после прокаливания, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать для кальцинированного поташа 0,05 %, для полутораводного — 0,2 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.10. Определение массовой доли окиси хрома (Cr_2O_3)

3.10.1. Аппаратура, реактивы, растворы

дифенилкарбазид (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1 % в спирте, готовят следующим образом: (0,1 ± 0,02) г дифенилкарбазида взвешивают, смачивают ледяной уксусной кислотой, доводят до 100 см^3 этиловым спиртом и тщательно перемешивают до полного растворения;

кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт;

кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей серной кислоты 5 % и раствор, разбавленный 1:3 по объему;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3;

бумага лакмусовая нейтральная;

бумага универсальная (индикаторная);

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор, содержащий 1 мг хрома в 1 см^3, готовят по ГОСТ 4212 (раствор А);

1 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор Б); 1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг хрома (годен в течение суток);

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 (или других видов);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328;

колбы мерные 1—100 (1000)—2 по ГОСТ 1770;

бюреткА 3—2—25—0,1 по ГОСТ 29251;

стакан Н-1—250 ТС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1—10, 1—50 по ГОСТ 1770;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4, 6).

3.1.0.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию градуировочных растворов: в мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают из бюретки 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 см³ раствора Б, прибавляют по 30 см³ воды, по 10 см³ 5 %-ного раствора серной кислоты, по 5 см³ раствора дифенилкарбазида, выдерживают в течение 10 мин, доводят до метки 5 %-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

Полученные градуировочные растворы содержат соответственно 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005; 0,006; 0,007; 0,008; 0,009; 0,010; 0,011 и 0,012 мг хрома.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий хрома, следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 30 см³ воды, 10 см³ 5 %-ного раствора серной кислоты, 5 см³ раствора дифенилкарбазида, доводят до метки 5 %-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

Оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к контрольному раствору измеряют на фотоэлектроколориметре с применением зеленого светофильтра (при длине волны 500—540 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащееся в градуировочных растворах количество хрома в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.10.3. Проведение анализа

1—10 г углекислого калия взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 30 см³ воды и серную кислоту, разбавленную 1 : 3, до полной нейтрализации навески, кипятят до осветления раствора и прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски, не исчезающей при кипячении в течение 5 мин. К горячему раствору добавляют небольшими порциями углекислый натрий до pH 10. Содержимое стакана доводят до кипения и выдерживают в темном месте для коагуляции гидроокисей. Затем переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят до метки водой, перемешивают и отфильтровывают через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. 5—50 см³ полученного фильтрата переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, нейтрализуют по лакмусовой бумаге 5 %-ным раствором серной кислоты, добавляя 10 см³ ее избытка и 5 см³ раствора дифенилкарбазида. После выдерживания в течение 10 мин содержимое колбы доводят до метки 5 %-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору (приготовленному по п. 3.10.2) на фотоэлектроколориметре с применением зеленого светофильтра (при длине волны 500—540 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным, пользуясь градуировочным графиком, определяют количество хрома в анализируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.10.4. Обработка результатов

Массовую долю окиси хрома (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{m_1 \cdot 1{,}4614 \cdot 100 \cdot 100}{1000 \cdot m \cdot V},$$

где m — масса хрома, найденная по градуировочному графику, мг;

1,4614 — коэффициент пересчета хрома на окись хрома;

V — объем раствора, взятый для колориметрирования, см³;

m — масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.11. Определение массовой доли пятиокиси ванадия (V_2O_5)

3.11.1. Аппаратура, реактивы, растворы

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации c (1/5 K MnO_4) = 0,1 моль/дм³;

кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы, разбавленные 1:3 и 1:6;

кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор концентрации c (CH_3 COOH) = 0,2 моль/дм³;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор концентрации c (CH_3COONa) = 0,2 моль/дм³;

ацетатный буферный раствор с pH 4,4; готовят следующим образом: смешивают 126 см³ раствора уксусной кислоты и 74 см³ раствора уксуснокислого натрия;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;

бумага лакмусовая нейтральная;

бумага универсальная (индикаторная);

водорода перекись по ГОСТ 10929;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей гидроокиси натрия, 10 %;

сульфоназо (индикатор), водный раствор с массовой долей сульфаоназо 0,02 %;

натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор с массовой долей 4 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в стеклянном приборе;

аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336 или пятиокись ванадия;

раствор ванадия, содержащий 1 мг пятиокиси ванадия в 1 см³ (раствор А); готовят следующим образом: 0,1286 г мета ванадиевокислого аммония растворяют в воде, содержащей несколько капель раствора аммиака, доводят объем раствора в мерной колбе вместимостью 100 см³ водой до метки и перемешивают.

0,1 г пятиокиси ванадия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ с добавлением нескольких капель раствора гидроокиси натрия, нагревают до растворения, охлаждают, разбавляют до метки водой и перемешивают.

0,25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают (раствор Б), 1 см³ раствора Б содержит 0,0025 мг пятиокиси ванадия;

фильтр обеззоленный «синяя лента»;

весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2 и 3-го классов;

гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328;

цилиндр 1—10 и 1—100 по ГОСТ 1770;

колба мерная 1—100—2 по ГОСТ 1770;

стакан Н-1—100 ТС и Н-1—250 ТС по ГОСТ 25336;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336;

пипетка 2—2—2 по ГОСТ 29227;

бюретка 3—2—5—0,02 по ГОСТ 29251.

(Измененная редакция, Изм. № 6).

3.11.2. Проведение анализа

Взвешивают 5,0—5,2 г углекислого калия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 50 см³ воды, 0,5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 5—7 мин. Горячий раствор фильтруют от следов гидроокиси железа, хрома и нерастворимого остатка, фильтр два раза промывают горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 300 см³. Фильтрат нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:3, в присутствии лакмусовой бумаги, добавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:6, нагревают до кипения и прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до неисчезающей в течение 5 мин розовой окраски. После этого к горячему раствору добавляют небольшими порциями углекислый натрий до pH 10. Раствор доводят до кипения, выдерживают на теплом месте для коагуляции гидроокисей и фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр промывают два раза горячей водой, раствор охлаждают и нейтрализуют по каплям серной кислотой, разбавленной 1:6, до pH 7 по индикаторной бумаге, разбавляют до метки водой и перемешивают. Если раствор мутный (при недоосаждении гидроокиси алюминия), его фильтруют через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

Отбирают пипеткой 2 см³ полученного фильтрата, помещают в пробирку из бесцветного стекла вместимостью 10 см³, прибавляют 2,75 см³ ацетатного буферного раствора, 0,5 см³ раствора фтористого натрия, 0,25 см³ раствора сульфоназо, каждый раз тщательно перемешивая.

Одновременно готовят серию градуировочных растворов следующим образом: в 12 таких же пробирок помещают, приливая из микробюретки 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8; 2,0 см³ раствора Б, содержащих соответственно 0; 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,0020; 0,0025; 0,0030; 0,0035; 0,0040; 0,0045 и 0,0050 мг пятиокиси ванадия (V_2O_5). Объемы растворов доводят водой до 2 см³, в каждую пробирку прибавляют по 2,75 см³ ацетатного буферного раствора, по 0,5 см³ раствора фтористого натрия, по 0,25 см³ раствора сульфоназо, каждый раз тщательно перемешивая.

Пробирки с анализируемым и градуировочными растворами помещают в баню с кипящей водой на 5 мин, после этого кипячение прекращают и оставляют пробирки в горячей воде еще на 10 мин. После охлаждения до комнатной температуры колориметрируют визуально по шкале градуировочных растворов.

3.11.1, 3.11.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

3.11.3. Обработка результатов

Массовую долю пятиокиси ванадия V_2O_5 (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 2},$$

где m_1 — масса пятиокиси ванадия, найденная визуально по шкале, мг;

2 — объем раствора, взятый для колориметрирования, см³;

m — масса навески углекислого калия, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.12. Определение гранулометрического состава

3.12.1. Аппаратура

Установка лабораторная, модель 029М.

Набор сит с сетками № 1К и № 01К по ГОСТ 6613.

Составляют набор сит (снизу вверх): поддон, сита с сетками № 01К, № 1К.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса.

Секундомер по действующей нормативной документации.

Часовые стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 6).

3.12.2. Проведение анализа

Взвешивают (100 ± 0,1) г углекислого калия, помещают на верхнее сито набора, закрывают крышкой и просеивают на установке модели 029 М или вручную в течение (10 ± 0,1) мин.

При ручном просеве производят колебательные движения сит (80—120 колебаний в минуту). В процессе рассева (4 раза в минуту) сита ставят на стол и ударяют руками по обечайке.

Взвешивают 2 часовых стекла, на них последовательно количественно переносят остатки с сит № 1К и № 01К и взвешивают (результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака).

3.12.3. Обработка результатов

Массовую долю продукта, прошедшего через сито с сеткой № 1К, (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = 100 - m,$$

где m — масса остатка на сите с сеткой № 1К, г;

100 — масса навески, г.

Масса остатка на сите с сеткой № 01 К в граммах соответствует его содержанию в процентах.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 2 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат анализа округляют до целых чисел.

3.12. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический углекислый калий упаковывают в пятислойные ламинированные мешки марки ПМ или комбинированные мешки марки БМП по ГОСТ 2226; пятислойные бумажные мешки с внутренним слоем, дублированным резинобитумной смесью; полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811 с толщиной пленки (0,22 ± 0,03) мм; мешки полиэтиленовые по ГОСТ 17811 или пленочные мешки-вкладыши с толщиной пленки не менее 0,08 мм, вложенные в пятислойные битумированные мешки марки БМ по ГОСТ 2226 с верхним битумным слоем или в пятислойные бумажные мешки с внутренним слоем, дублированным резинобитумной смесью.

По согласованию с потребителем продукт упаковывают в мягкие специализированные контейнеры типов МК-1, ОЛ; МК-1,5Л; МКР-1,ОС; МКО-1,ОС; МКР-1,ОМ-1,0.

Углекислый калий, предназначенный для экспорта, упаковывают также в мягкие специализированные контейнеры типов МК-1,ОЛ; МК-1,5Л; МКР-1,ОС; МКО-1,ОС; МКР-1, ОМ-1,0.

Бумажные мешки зашивают машинным способом, полиэтиленовые мешки заваривают или прошивают, полиэтиленовые мешки-вкладыши завязывают с подгибом.

Масса нетто мешка — не более 50 кг.

Углекислый калий, упакованный в мешки, транспортируют пакетами по ГОСТ 26663, средства скрепления — по ГОСТ 21650, средства пакетирования — по ГОСТ 9078 (плоские поддоны) или ГОСТ 9570 (поддоны ящичные и стоечные). Габаритные размеры и масса брутто транспортного пакета должны соответствовать ГОСТ 24597.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4, 5).

4.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433, класса 9, подкласса 9.1, классификационного шифра 9163, а также следующих данных, характеризующих продукцию:

наименования продукта;

номера партии;

обозначения настоящего стандарта.

Транспортная маркировка углекислого калия, поставляемого на экспорт, должна производиться в соответствии с заказом-нарядом внешнеторгового объединения и ГОСТ 14192.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 5).

4.3. **(Исключен, Изм. № 3).**

4.4. Углекислый калий транспортируют транспортом любого вида (кроме воздушного) в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на транспорте данного вида.

По железной дороге транспортирование продукта, упакованного в мешки, осуществляется повагонными отправками в крытых железнодорожных вагонах или, при малых партиях, — в специализированных контейнерах СК-3—5 по ГОСТ 19667 на открытых железнодорожных платформах. Продукт, упакованный в мягкие специализированные контейнеры, транспортируют на открытом подвижном составе повагонными отправками без перегрузок в пути следования.

Углекислый калий для экспорта отгружают в пакетированном виде в крытых железнодорожных вагонах или в крупнотоннажных контейнерах на открытых платформах. Мягкие специализированные контейнеры транспортируют на открытом подвижном составе. Размещение и крепление их производят в соответствии с условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР.

По согласованию с потребителем неупакованный углекислый калий допускается транспортировать в специальных вагонах типа «хоппер».

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.5. Углекислый калий хранят в закрытых складских помещениях, предохраняя продукт от попадания влаги.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие углекислого калия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения продукта — 3 мес со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Углекислый калий представляет собой мелкокристаллический порошок, который при попадании на влажную кожу и слизистые оболочки может вызывать раздражение.

Вдыхание пыли кальцинированного углекислого калия может вызывать раздражение дыхательных путей.

Предельно допустимая концентрация углекислого калия в воздухе рабочей зоны производственных помещений 2 мг/м^3 (по степени воздействия на организм человека относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.005).

Работа с калием углекислым техническим является радиационно безопасной.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 6).

6.2. Работы с углекислым калием обслуживающий персонал должен выполнять в спецодежде, спецобуви и предохранительных приспособлениях в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

6.3. Производственные помещения и лаборатории, в которых проводится работа с углекислым калием, должны быть оборудованы приточно-вытяжной механической вентиляцией.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

1. Определение массовой доли натрия в пересчете на Na_2CO_3

хлоридов в пересчете на Cl^-, сернокислых солей в пересчете на SO_4^{2-}, железа в пересчете на Fe_2O_3, алюминия в пересчете на Al_2O_3 (Рентгеноспектральный метод).

1.1. Приборы и реактивы

Спектрометр рентгеновский многоканальный, позволяющий определять натрий, железо, алюминий, хлор, серу.

Виброистиратель любого типа, позволяющий получать частицы размером не более 0,06 мм.

Пресс гидравлический с усилием прессования не менее 10 т.

Кислота борная по ГОСТ 9656, ч.

Литий углекислый, х. ч.

Кислота кремниевая по ГОСТ 4214, х. ч.

Калий углекислый по ГОСТ 4221, х. ч.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329, ч.д.а.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359, ч.д.а.

1.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика используют образцы сравнения, содержащие различные количества определяемых компонентов, проверенные на однородность и многократно проанализированные по настоящему стандарту. Образцы сравнения хранят в закрытых сосудах. При построении градуировочных графиков отбирают 30 г поташа, прокаливают в течение 5 мин в муфельной печи при (800 ± 30) °С в случае полуторагидрата или при (500 ± 30) °С в течение 2 ч в случае кальцинированного, измельчают в виброистирателе до получения частиц размером не более 0,06 мм. Из порошка измельченного поташа прессуют две таблетки — излучателя на подложке из борной кислоты. Для этого на дно пресс-формы насыпают слой пробы толщиной 3—4 мм, который тщательно разравнивают. Сверху насыпают слой борной кислоты толщиной 3—5 мм. Затем пресс-форму со вставленным пуансоном помещают под гидравлический пресс, где развивают усилие 10—15 т.

Подготовку спектрометра к анализу проводят по инструкции, приложенной к нему. После подготовки прибора проводят построение градуировочных графиков по образцам сравнения. Для этого таблетку — излучатель помещают в спектрометр в специальном прободержателе. Время регистрации значения интенсивности 40—100 с; для каждого образца сравнения готовят две таблетки — излучателя, а для каждой таблетки — излучателя производят одно измерение. На ленте цифропечатающего устройства печатают значения концентрации определяемых компонентов.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержащиеся в образцах сравнения массовые доли определяемых примесей в процентах, а по оси ординат соответствующие им значения интенсивностей, аналитических линий в милливольтах или импульсах в секунду.

Для контроля и корректировки положения градуировочных графиков создают образцы-реперы, представляющие собой искусственные излучатели, моделирующие поташ. Образцы-реперы готовят сплавлением соединений Na_2CO_3; KCl; K_2CO_3; $KAl(SO_4)_2 \cdot H_2O$; $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ с флюсом, представляющим собой смесь углекислого лития и борной кислоты (образцы-реперы можно готовить, используя другие вещества и методики, при этом необходимо, чтобы они моделировали поташ по поглощающим характеристикам и химическому составу, например, известняк с добавлением сульфата калия). Для получения однородных и прочных сплавов добавляют кремниевую кислоту.

Образцы-реперы готовят из следующих исходных компонентов по табл. 1.

Таблица 1

Исходные компоненты, г							
Li_2CO_3	H_3BO_3	$SiO_2 \cdot nH_2O$	$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$	Na_2CO_3	KCl	K_2CO_3	$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$
7,2	10,8	2,0	0,01	0,1	—	0,5	—
3,6	5,4	1,0	0,15	0,2	0,15	0,5	0,001

Смесь соединений и флюса помещают в платиновый тигель, перемешивают стеклянный палочкой и сплавляют в муфельной печи при 1100 ± 30 °С в течение 10 мин. Полученный расплав выливают в центральную часть металлического кольца (внутренний диаметр 35 мм, внешний — 40 мм, высота 1 мм), расположенного на металлической станине, и быстро прижимают стальным цилиндром (верхняя поверхность станины и нижняя

поверхность цилиндра должны быть тщательно отполированы). Станину, цилиндр и кольцо перед приготовлением излучателя предварительно нагревают до 300°С.

1.3. Проведение анализа

Из пробы продукта массой 0,5 кг отбирают среднюю пробу массой 0,2 кг, сушат в течение 30 мин при 105 °С—110 °С и затем по 20—50 г в четырех стаканах истирают в течение 3 мин на виброистирателе. Части пробы объединяют, квартуют и отбирают 8—10 г пробы, которую дотирают еще 3 мин на виброистирателе до получения частиц размером не более 0,06 мм.

Для определения содержания компонентов в анализируемой пробе поташа приготовляют две таблетки — излучателя, как указано при построении градуировочного графика, и для каждой таблетки — излучателя проводят одно измерение интенсивности аналитических линий. Массовую долю определяемых компонентов в анализируемых пробах находят по градуировочным графикам, положение которых контролируется с помощью образцов-реперов перед анализом каждой серии проб.

1.4. Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый компонент	Диапазон концентраций, %	Допускаемое расхождение, % относительно среднего результата определения вычисляемой концентрации
Na_2CO_3	Весь диапазон	15
Cl^-	Менее 1,0	15
	Более 1,0	5
SO_4^{2-}	Менее 0,2	15
	Более 0,2	5
Fe_2O_3	Весь диапазон	25
Al_2O_3	Весь диапазон	10

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19.07.73 № 1776

Изменение № 6 Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21.10.93)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 10690—63

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	6.1
ГОСТ 61—75	3.7.1, 3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 83—79	3.3.1, 3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 177—88	3.4а.1
ГОСТ 195—77	3.3.1
ГОСТ 199—78	3.11.1
ГОСТ 1027—67	3.7.1
ГОСТ 1277—75	3.4.1, 3.4а.1, 3.5а.1
ГОСТ 1770—74	3.2.1, 3.4.1, 3.4а.1, 3.5.1, 3.5а.1, 3.5б.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1а, 3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 2053—77	3.5.1
ГОСТ 2226—88	4.1
ГОСТ 3118—77	3.2.1, 3.5.1, 3.5а.1, 3.5б.1, 3.6.1, 3.7.1
ГОСТ 3760—79	3.5.1, 3.5а.1, 3.6.1, 3.7.1
ГОСТ 3773—72	3.5.1, 3.3.1
ГОСТ 3956—76	3.5а.1, 3.8.1а, 3.9.1а
ГОСТ 4108—72	3.5.1, 3.5а.1, 3.5б.1
ГОСТ 4160—74	3.3.1
ГОСТ 4174—77	3.7.1
ГОСТ 4204—77	3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 4209—77	3.5.1
ГОСТ 4212—76	3.4а.1, 3.5б.1, 3.6.1
ГОСТ 4214—78	Приложение
ГОСТ4217—77	3.7.1
ГОСТ 4220—75	Приложение
ГОСТ 4221—76	3.3.1
ГОСТ 4234—77	Приложение
ГОСТ 4328—77	3.5.1, 3.11.1
ГОСТ 4329—77	Приложение
ГОСТ 4461—77	3.4.1, 3.4а.1, 3.6.1, 3.7.1
ГОСТ 4463—76	3.11.1
ГОСТ 5106—77	3.7.1
ГОСТ 6563—75	3.9.1а

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 6613—86	1.1, 3.12.1
ГОСТ 6709—72	3.2.1, 3.4.1, 3.4а.1, 3.5.1, 3.5а.1, 3.5б.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.11.1
ГОСТ 7328—82	3.2.1, 3.4.1, 3.5.1, 3.5а.1, 3.6.1, 3.8.1а, 3.9.1а, 3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 9078—84	4.1
ГОСТ 9147—80	3.5а.1, 3.8.1а, 3.9.1а
ГОСТ 9336—75	3.11.1
ГОСТ 9656—75	Приложение
ГОСТ 9570—84	4.1
ГОСТ 10164—75	3.5б.1
ГОСТ 10398—76	3.5.1, 3.7.1
ГОСТ 10652—73	3.5.1, 3.7.1
ГОСТ 10929—76	3.4.1, 3.5а.1, 3.11.1
ГОСТ 14192—96	4.2
ГОСТ 17811—78	4.1
ГОСТ 18300—87	3.2.1, 3.5а.1, 3.6.1, 3.10.1
ГОСТ 18481—81	3.3.1
ГОСТ 19433—88	2.1, 4.2
ГОСТ 19627—74	3.3.1
ГОСТ 19667—74	4.4
ГОСТ 20490—75	3.11.1
ГОСТ 21650—76	4.1
ГОСТ 24104—88	3.2.1, 3.5.1, 3.5а.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1а, 3.9.1а, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 24597—81	4.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.4а.1, 3.5.1, 3.5а.1, 3.5б.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1а, 3.9.1а, 3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 25664—83	3.3.1
ГОСТ 26663—85	4.1
ГОСТ 27067—86	3.4.1
ГОСТ 27068—86	3.3.1
ГОСТ 29227—91	3.4а.1, 3.5б.1, 3.11.1
ГОСТ 29251—91	3.2.1, 3.4.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.10.1, 3.11.1
ТУ 6—09—5359—88	3.4.1
ТУ 6—14—10—151—86	3.5.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ИЗДАНИЕ (август 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, 5, 6, утвержденными с июле 1976 г., декабре 1979 г., октябре 1984 г., марте 1989 г., октябре 1990 г. и декабре 1998 г. (ИУС 8—79, 2—80, 1—85, 7—89, 1—91, 4—99)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 04.08.2006. Подписано в печать 30.08.2006. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,80. Тираж 147 экз. Зак. 598. С 3192.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru ®gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru