УДК 546.32'264

Издание официальное

СССР

Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 4221—65

Взамен ГОСТ 4221—53

Группа Л51

Реактивы

КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ (ПОТАШ)

Reagents. Potassium carbonate

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Углекислый калий представляет собой гигроскопичный нерастворимый в абсолютном спирте и эфире, легко растворимый в воде тонкий или зернистый порошок белого цвета.

Формула: K_2CO_3.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1961 г.) — 138,21.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Углекислый калий должен соответствовать требованиям, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы в %		
	«Химически чистый» («х. ч.»)	«Чистый для анализа» («ч. д. а.»)	«Чистый»
1. Углекислый калий (K_2CO_3), не менее	99	99	98
2. Потери при прокаливании, не более	0,8	1	2
3. Нерастворимые в воде вещества, не более	0,005	0,005	0,01
4. Хлориды (Cl), не более	0,001	0,002	0,01
5. Сульфаты (SO_4), не более	0,004	0,004	0,01
6. Кремнекислота (SiO_2), не более	0,004	0,004	0,01
7. Фосфаты (PO_4), не более	0,001	0,001	0,002
8. Азот (N) общий из нитратов, нитритов и аммиака, не более	0,001	0,001	0,002
9. Алюминий (Al), не более	0,001	0,001	0,003
10. Железо (Fe), не более	0,0005	0,001	0,002
11. Тяжелые металлы (Pb), не более	0,0005	0,0005	0,0005
12. Сумма кальция и магния (в пересчете на магний), не более	0,003	0,008	0,015
13. Мышьяк (As), не более	0,00005	0,00005	0,00005

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—59*. Общий вес средней отобранной пробы должен быть не менее 300 *г*.

* С 1/I 1967 г. вводится в действие ГОСТ 3885—66.

Внесен Государственным комитетом химической промышленности при Госплане СССР

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 2/XI 1965 г.

Срок введения 1/I 1966 г.

Переиздание. Июнь 1966 г.

gost.e-ecolog.ru

Определение содержания углекислого калия и потери при прокаливании необходимо делать сразу после вскрытия банки.

2.2. Определение содержания углекислого калия

2.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

кислота серная по ГОСТ 4204—66, 1 н раствор или соляная кислота по ГОСТ 3118—46, 1 н раствор;

метиловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный раствор; готовят по ГОСТ 4919—49.

2.2.2. Проведение испытания

Около 2,7 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г* и растворяют в 50 *мл* воды. Полученный раствор титруют раствором соляной или серной кислоты в присутствии метилового оранжевого до перехода желтого окрашивания в оранжевое, затем раствор нагревают и кипятят 2—3 *мин*. После охлаждения, если вновь появится желтое окрашивание, продолжают титрование раствора до перехода желтого окрашивания в розовое, не исчезающее при кипячении.

Содержание углекислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0691 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 1 н раствора соляной или серной кислоты, пошедший на титрование, в *мл*;

G — навеска препарата в *г*;

0,0691 — количество углекислого калия, соответствующее 1 *мл* точно 1 н раствора соляной или серной кислоты, в *г*.

2.3. Определение потери при прокаливании

Около 2 *г* препарата взвешивают в платиновом тигле, предварительно прокаленном и взвешенном с точностью до 0,0002 *г*, помещают на песчаную баню так, чтобы уровень песка снаружи был не ниже уровня препарата в тигле, и нагревают постепенно до температуры 270—300°С (поместив термометр в песок около тигля).

Прокаливание при этой температуре ведут до постоянного веса.

Ввиду гигроскопичности препарата при всех взвешивани-

ях тигель помещают в стаканчик для взвешивания (с притертой крышкой).

Потери при прокаливании (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G_1},$$

где:

G_1 — навеска препарата в *г*;

G_2 — вес прокаленного остатка в *г*.

2.4. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

2.4.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

калий углекислый (поташ) по настоящему стандарту, 10%-ный раствор.

2.4.2. *Подготовка тигля с сетчатым дном*

Тигель с сетчатым дном и бумажным кружком из плотного беззольного фильтра промывают 100 *мл* раствора углекислого калия, затем 100 *мл* воды и сушат в сушильном шкафу при температуре 105—110°С до постоянного веса.

2.4.3. *Проведение испытания*

25 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 250 *мл* воды в стакан вместимостью 300 *мл*. Раствор фильтруют через тигель с сетчатым дном, промывают 100 *мл* воды и сушат в сушильном шкафу при температуре 105—110°С до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес сухого остатка будет не более:

для препарата «химически чистый»	1,25 *мг*
» » «чистый для анализа»	1,25 *мг*
» » «чистый»	2,5 *мг*

2.5. Определение содержания хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 визуальнонефелометрическим методом (п. 27) или фотонефелометрическим методом (п. 28). При этом 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 37 *мл* воды, осторожно прибавляют 5 *мл* 25%-ного раствора азотной кислоты. Если раствор мутный, то его фильтруют через промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты беззольный фильтр, прибавляют 1 *мл* раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 20 *мин* опалесценция испытуемого раство-

ра будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый»	0,01 *мг* Cl
» » «чистый для анализа»	0,02 *мг* Cl
» » «чистый»	0,1 *мг* Cl,

2 *мл* 25%-ного раствора азотной кислоты и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

2.6. Определение содержания сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 визуальнонефелометрическим методом (п. 21) или фотонефелометрическим методом (п. 22). При этом 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 10 *мл* воды, прибавляют 1—2 капли 0,2%-ного раствора п-нитрофенола и нейтрализуют медленно при тщательном перемешивании раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Объем раствора доводят водой до 25 *мл*, перемешивают и, если раствор мутный, то его фильтруют через промытый горячей водой плотный беззольный фильтр. Затем раствор помещают в колориметрический стаканчик, прибавляют 1 *мл* раствора соляной кислоты, 3 *мл* раствора крахмала, 3 *мл* раствора хлористого бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая на темном фоне через 30 *мин* опалесценция испытуемого раствора будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый»	0,04 *мг* SO_4
» » «чистый для анализа»	0,04 *мг* SO_4
» » «чистый»	0,1 *мг* SO_4,

1 *мл* раствора соляной кислоты, 3 *мл* раствора крахмала и 3 *мл* раствора хлористого бария.

2.7. Определение содержания кремнекислоты

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 (п. 16) фотоколориметрическим методом по окраске молибденовой сини. При этом 0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* в платиновой чашке и растворяют в 10 *мл* воды. К раствору добавляют 1—2 капли раствора п-нитрофенола, нейтрализуют раствором серной кислоты до обесцвечивания, добавляя ее по каплям при перемешивании платиновым шпателем, и приливают 0,5 *мл* избытка той же кислоты. Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 50 *мл* (с меткой на

20 *мл*), кипятят в течение 5 *мин*, охлаждают и доводят объем раствора водой до метки. К раствору добавляют 1 *мл* раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют в покое в течение 10 *мин*. Затем прибавляют 10 *мл* раствора серной кислоты, тщательно перемешивают в течение 1 *мин*, добавляют 0,5 *мл* раствора соли Мора, снова перемешивают, доводят объем раствора водой до 50 *мл* и фотоколориметрируют.

Препарат считают соответствующим стандарту, если содержание кремнекислоты будет не более:

для препарата «химически чистый»	0,02 *мг*
» » «чистый для анализа»	0,02 *мг*
» » «чистый»	0,05 *мг*

Допускается заканчивать определение визуально.

2.8. Определение содержания фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 (п. 26) фотоколориметрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса. При этом 2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в стаканчик для колориметрирования, смачивают 6 *мл* воды, прибавляют 1—2 капли 0,2%-ного раствора п-нитрофенола и осторожно, по каплям прибавляют раствор азотной кислоты до растворения препарата и обесцвечивания раствора. Объем раствора доводят водой до 15 *мл*, прибавляют 10 *мл* раствора реактива на фосфаты, перемешивают и через 10 *мин* фотоколориметрируют.

Препарат считают соответствующим стандарту, если содержание фосфатов будет не более:

для препарата «химически чистый»	0,02 *мг*
» » «чистый для анализа»	0,02 *мг*
» » «чистый»	0,04 *мг*

Допускается заканчивать определение визуально.

2.9. Определение содержания общего азота из нитратов, нитритов и аммиака.

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 (п. 20) визуальноколориметрическим методом. При этом 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 50 *мл* воды в колбе вместимостью 250 *мл*. К раствору прибавляют 20 *мл* 20%-ного раствора едкого натра, 0,5 *г* сплава Деварда, закрывают колбу пробкой с «гуськом», содержащим разбавленную серную кислоту, и содержимое колбы периодически взбалтывают. Через 3 *ч* из колбы отгоняют 50 *мл* жидкости в цилиндр (с притертой пробкой) вместимостью 100 *мл*,

содержащий 50 *мл* воды. Раствор перемешивают, прибавляют 2 *мл* реактива Несслера и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 5 *мин* окраска испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» . . . . . 0,01 *мг* N
» » «чистый для анализа» . . . . . 0,01 *мг* N
» » «чистый» . . . . . 0,02 *мг* N

и 2 *мл* реактива Несслера.

2.10. Определение содержания алюминия

2.10.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

алюминон по ГОСТ 9859—61, 0,1%-ный раствор, приготовленный не менее чем за 1 *ч* до определения; годен в течение пяти суток;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 10%-ный раствор;

аммоний углекислый по ГОСТ 3770—64, «х. ч.»; раствор готовят следующим образом: 20 *г* углекислого аммония растворяют при слабом нагревании в 20 *мл* раствора аммиака и 40 *мл* воды, доводят объем раствора водой до 100 *мл* и перемешивают;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—51, «ч. д. а.», 5%-ный раствор, проверенный на отсутствие алюминия в условиях определения следующим образом: к раствору, содержащему 5,75 *мл* воды, 10 *мл* раствора уксуснокислого аммония, 0,75 *мл* уксусной кислоты, прибавляют 1 *мл* раствора алюминона и 10 *мл* раствора углекислого аммония. Раствор должен быть бесцветным;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

кислота уксусная по ГОСТ 61—51, «л .х. ч.» (ледяная химически чистая);

раствор, содержащий Al; готовят по ГОСТ 4212—62.

2.10.2. *Проведение испытания*

2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 50 *мл*, растворяют в 20 *мл* воды, добавляют осторожно при перемешивании 3 *мл* уксусной кислоты, 1 *мл* раствора алюминона и перемешивают. Через 5 *мин* добавляют 20 *мл* раствора углекислого аммония и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 *мин* окраска испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым следующим образом:

к 20 *мл* раствора уксуснокислого аммония и 1,5 *мл* воды, содержащей:

для препарата «химически чистый» . . . . . 0,02 *мг* Al
» » «чистый для анализа» . . . . . 0,02 *мг* Al
» » «чистый» . . . . . 0,06 *мг* Al,

добавляют 1,5 *мл* уксусной кислоты и 1 *мл* раствора алюминона. Через 5 *мин* прибавляют 20 *мл* раствора углекислого аммония и перемешивают.

Одновременно следует готовить в условиях определения контрольный раствор, содержащий 20 *мл* раствора уксуснокислого аммония, 1,5 *мл* воды, 1,5 *мл* уксусной кислоты, 1 *мл* раствора алюминона и 20 *мл* раствора углекислого аммония. Раствор должен быть бесцветным. В противном случае раствор уксуснокислого аммония следует готовить из другого образца, не содержащего алюминия.

2.11. Определение содержания железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—63 (п. 19) сульфосалициловым методом. При этом 2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 15 *мл* воды в конической колбе вместимостью 100 *мл* (с меткой на 50 *мл*).

Затем при перемешивании по каплям приливают 5 *мл* раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят в течение 5 *мин*. Раствор охлаждают, прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 *мл* раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки, снова перемешивают и фотоколориметрируют.

Препарат считают соответствующим стандарту, если содержание железа будет не более:

для препарата «химически чистый» . . . . . 0,01 *мг* Fe
» » «чистый для анализа» . . . . . 0,02 *мг* Fe
» » «чистый» . . . . . 0,04 *мг* Fe

Допускается заканчивать определение визуально.

При необходимости в результат определения вносят поправку на содержание железа в применяемом количестве раствора соляной кислоты, найденную контрольным опытом и на величину оптической плотности раствора испытуемого препарата.

2.12. Определение содержания тяжелых металлов

2.12.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

бумага лакмусовая;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, 10%-ный раствор;

калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—51, 20%-ный раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.», 25%-ный раствор;

раствор, содержащий Pb; готовят по ГОСТ 4212—62;

тиоацетамид, 2%-ный раствор; годен в течение трех суток.

2.12.2. *Проведение испытания*

5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 50 *мл*, приливают 15 *мл* воды, осторожно нейтрализуют раствором соляной кислоты (по лакмусовой бумажке) и доводят объем раствора водой до 30 *мл*. К раствору прибавляют 1 *мл* раствора виннокислого калия-натрия, 2 *мл* раствора едкого кали, перемешивают, прибавляют 1,5 *мл* раствора тиоацетамида и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 *мин* окраска испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый»	0,025 *мг* Pb
» » «чистый для анализа»	0,025 *мг* Pb
» » «чистый»	0,025 *мг* Pb,

1 *мл* раствора виннокислого калия-натрия, 2 *мл* раствора едкого кали и 1,5 *мл* раствора тиоацетамида.

При необходимости в результат определения вносят поправку на содержание тяжелых металлов в применяемом количестве соляной кислоты, найденную контрольным опытом.

2.13. Определение содержания суммы кальция и магния (в пересчете на магний)

2.13.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

бумага лакмусовая;

буферный раствор с pH 9,5—10; готовят по ГОСТ 10398—63;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

эриохром черный Т (индикатор);

индикаторная смесь; готовят следующим образом: 0,25 *г* эриохрома черного Т растирают в ступке с 25 *г* хлористого натрия;

кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 10%-ный раствор;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—66;

раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212—62.

Раствор с содержанием 0,1 *мг* Mg в 1 *мл* готовят соответствующим разбавлением водой;

трилон Б по ГОСТ 10652—63, 0,05 м раствор; готовят по ГОСТ 10398—63. Соответствующим разбавлением водой готовят 0,01 м раствор.

2.13.2. *Проведение испытания*

2,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 90 *мл* воды, нейтрализуют в присутствии лакмусовой бумажки раствором соляной кислоты (около 13 *мл*). Раствор нагревают до кипения, осторожно кипятят в течение 5 *мин* и охлаждают. Затем добавляют при перемешивании 1 *мл* раствора, содержащего 0,1 *мг* Mg, 5 *мл* буферного раствора, 0,1 *г* индикаторной смеси и титруют из микробюретки раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

Одновременно титруют контрольный раствор, содержащий в том же объеме те же количества буферного раствора, индикаторной смеси и 1 *мл* раствора, содержащего 0,1 *мг* Mg.

Содержание суммы кальция и магния в пересчете на Mg (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}000243 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,01 м раствора трилона Б, пошедший на титрование испытуемого раствора, в *мл*;

V_1 — объем точно 0,01 м раствора трилона Б, пошедший на титрование контрольного раствора, в *мл*;

0,000243 — количество магния, соответствующее 1 *мл* точно 0,01 м раствора трилона Б, в *г*;

G — навеска препарата в *г*.

При необходимости в результате определения вносят поправку на содержание магния и кальция в соляной кислоте, найденную контрольным опытом после выпаривания досуха 13 *мл* раствора соляной кислоты.

2.14. Определение содержания мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—63 (п. 7) арсиновым методом. При этом 2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 15 *мл* воды в приборе для определения мышьяка. Раствор нейтрализуют (в присутствии двух капель 0,2%-ного раствора п-нитрофенола) раствором серной кислоты, доводят объем раствора водой до 30 *мл*, прибавляют 20 *мл* раствора серной кислоты, 0,5 *мл* раствора двухлористого олова, перемешивают, быстро прибавляют 5 *г*

цинка, сразу же закрывают колбу прибора пробкой, осторожно перемешивают и оставляют в покое на 1,5 *ч*.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумажки от испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски бромно-ртутной бумажки от эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в том же объеме 0,001 *мг* As и те же количества раствора серной кислоты, раствора двухлористого олова и цинка.

3. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

3.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—59*.

Вид упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п.

Группа фасовки: IV, V, VI — не более 3000 *г*.

Замена

ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4233—66 введен взамен ГОСТ 4233—48.

---

* С 1/I 1967 г. вводится в действие ГОСТ 3885—66.

gost.e-ecolog.ru

Издательство стандартов. Москва, К-1. ул. Щусева, д. 4.
Сдано в наб. 2/IV 1966 г. Подп. к печ. 15/VII 1966 г. 0,625 п. л. Тир. 8000
Вильнюсская типография издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2042