УДК 546-41

Издание официальное

СССР

Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 4332—65

Реактивы

КАЛИЙ-НАТРИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ БЕЗВОДНЫЙ

Reagents. Potassium sodium carbonate anhydrous

Взамен ГОСТ 4332—48

Группа Л51

Углекислый калий-натрий безводный представляет собой белый порошок, растворимый в воде и состоящий из смеси 1,3 части K_2CO_3 и одной части Na_2CO_3.

Формула: $K_2CO_3 + Na_2CO_3$.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Углекислый калий-натрий безводный должен соответствовать требованиям, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы в %		
	„Химически чистый" („х. ч.")	„Чистый для анализа" („ч. д. а.")	„Чистый"
1. Углекислый калий-натрий безводный ($K_2CO_3 + Na_2CO_3$) в пересчете на прокаленный препарат, в пределах	99—101	99—101	99—101
2. Потеря при прокаливании, не более	0,8	3	6
3. Нерастворимые в воде вещества, не более	0,005	0,01	0,02
4. Хлориды (Cl), не более	0,002	0,005	0,01
5. Сульфаты (SO_4), не более	0,002	0,008	0,015
6. Азот (N) (общее количество из нитратов, нитритов, аммиака и др.), не более	0,0005	0,0005	0,001
7. Кремнекислота (SiO_2), не более	0,003	0,005	0,02
8. Фосфаты (PO_4), не более	0,001	0,003	0,005
9. Алюминий (Al), не более	0,0015	0,0015	0,003
10. Кальций и магний (в пересчете на Mg), не более	0,01	0,01	0,02
11. Тяжелые металлы (Pb), не более	0,0005	0,0005	0,001
12. Железо (Fe), не более	0,0005	0,001	0,002
13. Мышьяк (As), не более	0,00003	0,00005	0,00005

Внесен Государственным комитетом химической промышленности при Госплане СССР

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 28/VIII 1965 г.

Срок введения 1/I 1966 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Цена 3 коп.

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—59.

Общий вес отобранной средней пробы должен быть не менее 300 *г*.

2.2. Определение содержания углекислого калия-натрия и потери при прокаливании

2.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

кислота серная по ГОСТ 4204—48, 1 н раствор или кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 1 н раствор;

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

2.2.2. *Проведение испытания*

Около 2 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г* в платиновом тигле, предварительно прокаленном до постоянного веса и взвешенном с точностью до 0,0002 *г*.

Тигель помещают на песочную баню так, чтобы уровень песка снаружи был не ниже уровня препарата в тигле, и нагревают постепенно до температуры 270—300°С (термометр помещают в песок около тигля). При этой температуре прокаливают препарат до постоянного веса. Прокаленный остаток растворяют в 50 *мл* воды, раствор титруют раствором соляной или серной кислоты в присутствии метилового оранжевого до перехода желтой окраски раствора в оранжевую, затем нагревают раствор до кипения и кипятят 2—3 *мин* для удаления углекислоты.

После охлаждения, при появлении желтой окраски, продолжают титрование раствора до перехода желтой окраски в оранжевую.

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}06105 \cdot 100}{G},$$

где:

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

G — вес прокаленного остатка в *г*;

0,06105 — количество углекислого калия-натрия, соответствующее 1 *мл* точно 1 н раствора соляной или серной кислоты, в *г*.

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

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

где:

G — навеска препарата в *г*;

G_1 — вес прокаленного остатка в *г*.

2.3. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

2.3.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, 10%-ный раствор.

2.3.2. *Подготовка к испытанию*

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

2.3.3. *Проведение испытания*

12,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в стакан вместимостью 200 *мл* и растворяют в 125 *мл* воды.

Раствор фильтруют через тигель с сетчатым дном, остаток промывают 100 *мл* воды и сушат при температуре 105—110°С до постоянного веса.

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

для препарата «химически чистый» — 0,6 *мг*,

для препарата «чистый для анализа» — 1,2 *мг*,

для препарата «чистый» — 2,5 *мг*.

2.4. Содержание хлоридов определяют по ГОСТ 10671—63 (п. 27) визуально-нефелометрическим методом или фотонефелометрическим методом (п. 28). При этом 0,4 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 39 *мл* воды, прибавляют при перемешивании 3 *мл* 25%-ного раствора азотной кислоты, если нужно, раствор фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты, прибавляют 1 *мл* раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 20 *мин* опалесценция испытуемого раствора будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора,

приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,008 *мг* Cl,
для препарата «чистый для анализа» — 0,02 *мг* Cl,
для препарата «чистый» — 0,04 *мг* Cl,

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

2.5. Содержание сульфатов определяют по ГОСТ 10671—63 (п. 21) визуально-нефелометрическим методом или фотонефелометрическим методом (п. 22). При этом 0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 10 *мл* воды, прибавляют одну каплю 0,2%-ного раствора п-нитрофенола и нейтрализуют осторожно при перемешивании раствором соляной кислоты до исчезновения желтого окрашивания. Объем раствора доводят водой до 25 *мл*, если нужно, фильтруют через плотный беззольный фильтр, промытый горячей водой, добавляют 1 *мл* раствора соляной кислоты, 3 *мл* раствора крахмала, 3 *мл* раствора хлористого бария, тщательно перемешивая 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 и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,01 *мг* SO_4,
для препарата «чистый для анализа» — 0,04 *мг* SO_4,
для препарата «чистый» — 0,075 *мг* SO_4,

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

2.6. Содержание азота определяют по ГОСТ 10671—63 (п. 20) визуально-колориметрическим методом. При этом 5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 50 *мл* воды в круглодонной колбе вместимостью 250 *мл*, добавляют 20 *мл* раствора едкого натра, 0,5 *г* сплава Деварда, и закрывают колбу пробкой с «гуськом», содержащим разбавленную серную кислоту. Содержимое колбы периодически взбалтывают и через 3 *ч* отгоняют из колбы 50 *мл* жидкости в цилиндр вместимостью 100 *мл* (с притертой пробкой), содержащий 50 *мл* воды.

К полученному раствору прибавляют 2 *мл* реактива Несслера и хорошо перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое через 5 *мин* окрашивание испытуемого раствора

будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,025 *мг* N,

для препарата «чистый для анализа» — 0,025 *мг* N,

для препарата «чистый» — 0,05 *мг* N,

60 *мл* раствора для приготовления эталонов и 2 *мл* реактива Несслера.

2.7. Содержание кремнекислоты определяют по ГОСТ 10671—63 фотоколориметрическим методом по окраске молибденовой сини (п. 16). 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 0,2%-ного раствора п-нитрофенола, нейтрализуют раствором серной кислоты при перемешивании платиновым шпателем до обесцвечивания раствора и прибавляют 1,25 *мл* раствора той же кислоты. Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 100 *мл* с меткой на 50 *мл*, кипятят в течение 5 *мин*, охлаждают и доводят объем раствора водой до 50 *мл*. К 20 *мл* полученного раствора (содержат 0,2 *г* препарата) прибавляют 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*, прибавляют 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» — 0,006 *мг*,

для препарата «чистый для анализа» — 0,01 *мг*,

для препарата «чистый» — 0,04 *мг*.

Определение допускается заканчивать визуально в объеме 32 *мл*.

2.8. Содержание фосфатов определяют по ГОСТ 10671—63 фотоколориметрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса (п. 26). При этом 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 50 *мл*, смачивают 4 *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* реактива на фосфаты, перемешивают и через 10 *мин* фотоколориметрируют.

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

для препарата «химически чистый» — 0,01 *мг*,

для препарата «чистый для анализа» — 0,03 *мг*,

для препарата «чистый» — 0,05 *мг*.

Определение допускается заканчивать визуально.

2.9. Определение содержания алюминия

2.9.1. *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 5 суток;

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

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

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—51, «ч. д. а.», 5%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

кислота уксусная по ГОСТ 61—51, ледяная;

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

2.9.2. *Проведение испытания*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 15 *мл* воды, прибавляют осторожно при перемешивании 1,5 *мл* уксусной кислоты, 1 *мл* раствора алюминона и перемешивают. Через 5 *мин* добавляют 10 *мл* раствора углекислого аммония и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое через 10 *мин* окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного одновременно следующим образом: к 5,75 *мл* воды, содержащим

для препарата «химически чистый» — 0,015 *мг* Al,

для препарата «чистый для анализа» — 0,015 *мг* Al,

для препарата «чистый» — 0,03 *мг* Al,

прибавляют 10 *мл* раствора уксуснокислого аммония, 0,75 *мл* уксусной кислоты и 1 *мл* раствора алюминона. Через 5 *мин* добавляют 10 *мл* раствора углекислого аммония и перемешивают.

Примечание. Одновременно проводят проверку на отсутствие алюминия в уксуснокислом аммонии в условиях определения: к раствору, содержащему 5,75 *мл* воды, 10 *мл* раствора уксуснокислого аммония, 0,75 *мл* уксусной кислоты, прибавляют 1 *мл* раствора алюминона и через

5 *мин* 10 *мл* раствора углекислого аммония. Через 10 *мин* раствор должен быть бесцветным. В противном случае готовят раствор уксуснокислого аммония из другого образца соли, выдержавшего испытание на отсутствие алюминия.

2.10. Определение содержания кальция и магния (в пересчете на Mg)

2.10.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

аммиак водный по ГОСТ 3760—64;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60;

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

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

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

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

натрий хлористый по ГОСТ 4233—48;

раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212—62. Соответствующим разбавлением водой готовят раствор, содержащий 0,1 *мг* Mg в 1 *мл*;

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

эриохром черный Т (индикатор).

2.10.2. *Проведение испытания*

2,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, растворяют в 90 *мл* воды и добавляют 15 *мл* раствора соляной кислоты. 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 0,01 м раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

Одновременно титруют контрольный раствор, приготовленный следующим образом: к 100 *мл* воды прибавляют 1 *мл* раствора, содержащего 0,1 *мг* Mg, 5 *мл* буферного раствора, 0,1 *г* индикаторной смеси, перемешивают и титруют из микробюретки 0,01 м раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

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

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0002432 \cdot 100}{G},$$

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*;

G — навеска препарата в *г*;

0,0002432 — количество Mg, соответствующее 1 *мл* точно 0,01 м раствора трилона Б, в *г*.

При необходимости в результат определения вносят поправку на содержание магния и кальция в применяемом количестве соляной кислоты, определяемую контрольным опытом. Для этого 15 *мл* раствора соляной кислоты выпаривают досуха на водяной бане, остаток смывают водой и переносят в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, доводят объем раствора водой до 100 *мл*, добавляют при перемешивании 1 *мл* раствора, содержащего 0,1 *мг* Mg, 5 *мл* буферного раствора, 0,1 *г* индикаторной смеси, и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

2.11. Определение содержания тяжелых металлов

2.11.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

бумага лакмусовая;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

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

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

натр едкий по ГОСТ 4328—48, 10%-ный раствор;

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

тиоацетамид, 2%-ный раствор, годен в течение 3 суток.

2.11.2. *Проведение испытания*

4 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, прибавляют 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 натра, перемешивают, прибавляют 1,5 *мл* раствора тиоацетамида и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое через 10 *мин* окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,02 *мг* Pb,
для препарата «чистый для анализа» — 0,02 *мг* Pb,
для препарата «чистый» — 0,04 *мг* Pb,
1 *мл* раствора виннокислого калия-натрия, 2 *мл* раствора едкого натра и 1,5 *мл* раствора тиоацетамида.

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

2.12. Содержание железа определяют по ГОСТ 10555—63 (п. 19) сульфосалициловым методом. При этом 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 15 *мл* воды в конической колбе вместимостью 100 *мл* с меткой на 50 *мл*. Затем при перемешивании приливают по каплям 3 *мл* раствора соляной кислоты, раствор 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» — 0,005 *мг*,
для препарата «чистый для анализа» — 0,01 *мг*,
для препарата «чистый» — 0,02 *мг*.
Определение допускается заканчивать визуально.

2.13. Содержание мышьяка определяют по ГОСТ 10485—63 (п. 7) арсиновым методом. При этом 5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, смачивают 15 *мл* воды в приборе для определения мышьяка, нейтрализуют раствором серной кислоты в присутствии 0,2%-ного раствора п-нитрофенола и доводят объем раствора водой до 30 *мл*. К раствору прибавляют 20 *мл* раствора серной кислоты, 0,5 *мл* раствора двухлористого олова, перемешивают, быстро прибавляют 5 *г* цинка. Колбу прибора сразу же закрывают пробкой, осторожно перемешивают и оставляют в покое на 1,5 *ч*.

Препарат считают соответствующим стандарту, если окраска бромно-ртутной бумажки от испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски бромно-ртутной бумажки от эталонного раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме:
для препарата «химически чистый» — 0,0015 *мг* As,
для препарата «чистый для анализа» — 0,0025 *мг* As,
для препарата «чистый» — 0,0025 *мг* As,

20 *мл* раствора серной кислоты, 0,5 *мл* раствора двухлористого олова и 5 *г* 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, П-1.

Группа фасовки: III, IV, V.

gost.e-ecolog.ru

Издательство стандартов. Москва, К-1, ул. Щусева, д. 4
Сдано в наб. 7/IX 1965 г. Подп. в печ. 29/IX 1965 г. 0,625 п. л. Тир. 6000
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2556