ВСЕСОЮЗНЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

ПИЩЕВЫЕ КИСЛОТЫ, ГОРЧИЧНЫЙ ПОРОШОК, СОЛЬ, ЛАВРОВЫЙ ЛИСТ

СБОРНИК СТАНДАРТОВ

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

СТАНДАРТГИЗ — 1947

gost.e-ecolog.ru

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

ОСТ НКЛес 235 Кислота уксусная лесохимическая 3
ОСТ НКПП 424 Кислота виннокаменная пищевая 10
ГОСТ 908—41 Кислота лимонная пищевая 12
ГОСТ 490—41 Кислота молочная пищевая 20
ОСТ НКПП 497 Горчичный порошок 32
ГОСТ 153—41 Соль поваренная пищевая 35
ОСТ НКЗаг 472 Лист лавровый 57

Л128631 Стандартгиз. Подп. к печ. 26/XI 1947 г. 3,75 п. л. Тир. 3000 экз.

Тип. «Московский печатник» Зак. 2311

СССР Всесоюзный Комитет Стандартов при Совнаркоме СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ	ГОСТ 153—41 Взамен ОСТ НКПП 290 и ОСТ КС при СТО 175 Пищевая промышленность Н33

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

1. Соль поваренная пищевая представляет собой кристаллический хлористый натрий, получаемый из природных месторождений и подвергающийся в зависимости от способа добычи соответствующей технологической обработке.

II. КЛАССИФИКАЦИЯ

2. По способу обработки соль поваренная пищевая делится на:

а) мелко-кристаллическую — выварочную,
б) молотую — различной крупности помола,
в) «дробленку» или зерновую.

3. По качеству соль поваренная пищевая делится на следующие четыре сорта:

а. Экстра.
б. Высший.
в. Первый.
г. Второй.

III. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

4. В зависимости от сорта соль характеризуется следующими показателями:

Наименование сорта	Содержание хлористого натрия в % на сухое вещество, не менее	Содержание нерастворимых в воде веществ в % на сухое вещество, не более	Содержание влаги в %, не более	Нормы химического состава на сухое вещество в %, не более		
				Ca	Mg	Fe_2O_3
Экстра	99,2	0,05	0,5	—	0,03	0,005
Высший сорт	98,0	0,2	Для каменной соли 0,8; для других видов соли 4,0	0,6	0,1	—

Внесен Народным комиссариатом пищевой промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным Комитетом Стандартов 3/II 1941 г.	Срок введения 15/II 1941 г.

Продолжение

Наименование сорта	Содержание хлористого натрия в % на сухое вещество, не менее	Содержание нерастворимых в воде веществ в % на сухое вещество, не более	Содержание влаги в %, не более	Нормы химического состава на сухое вещество в %, не более		
				`a··	Mg··	Fe_2O_3
Первый сорт	97,5	0,5	Для каменной соли 0,8; для Джебелсоли 4,0; для садочной и самосадочной 5,0; для выварочной 6,0	0,6	0,1	—
Второй сорт	96,5	1,0	Для каменной соли 0,8; для Джебелсоли 4,0; для садочной и самосадочной 5,0; для выварочной 6,0	0,8	0,25	—

Содержание сернокислого натрия в пересчете на сухое вещество допускается:

а) для соли сорта «Экстра» — не более 0,2%;

б) для соли других сортов — не более 0,5%.

Примечания:

а) Для соли 1-го и 2-го сортов, выпускаемой предприятиями Востсибсоли, Березниковским солезаводом и Сереговским солезаводом, установить до 1/I 1943 г. содержание влажности не более 8,0%.

б) Приведенные нормы содержания в соли кальция, магния, окиси железа, сернокислого натрия и калия являются гарантийными и определение их производят только по специальному требованию приемщика.

в) В соли Нахичеванского месторождения допускается содержание хлористого натрия в пересчете на сухое вещество не менее 93% и нерастворимого в воде остатка в пересчете на сухое вещество не более 5,0%.

г) В выварочной соли, выпускаемой заводами западных областей УССР, допускается содержание калия (К) в пересчете на сухое вещество не более 0,42%.

5. Соль сорта «Экстра» должна проходить при просеве через сито со стороной квадратного отверстия 0,8 *мм* полностью;

при просеве через сито со стороной квадратного отверстия 0,5 *мм* — не менее 95%.

6. Соль молотая в зависимости от размера зерен делится на следующие номера помолов, устанавливаемые просевом:

Сорт и номера помолов	Размер стороны квадратного отверстия сита в *мм*	Количество соли, проходящей через сито в %, не менее
а) Для высшего и первого сортов:		
помол № 0	0,8	90
» № 1	1,2	90
» № 2	2,5	90
» № 3	4,5	85
б) Для второго сорта:		
помол № 1	1,2	90
» № 2	2,5	90
» № 3	4,5	85

7. Соль «дробленка» или «зерновая» выпускается с величиной зерна до 40 *мм*.

8. По требованию потребителя допускается выпуск соли в виде глыбы. Соль глыбовая выпускается в виде кусков весом от 5 до 50 *кг*. Примесь мелочи и кусков весом менее 5 *кг* допускается в количестве не более 10%.

9. Реакция на лакмус водного раствора соли всех сортов — нейтральная или близкая к ней.

10. Органолептические показатели

а) Вкус — 5% раствор соли должен быть чисто соленого вкуса без посторонних привкусов.

б) Запах — соль не должна иметь запаха.

в) Цвет — соль сорта «Экстра» должна быть белого цвета. Для всех прочих сортов соли цвет — белый, но допускаются оттенки сероватый, желтоватый и розоватый в зависимости от происхождения соли.

г) Соль не должна содержать заметных на-глаз посторонних механических загрязнений.

Примечание. В соли Артемовского месторождения допускается наличие темных частиц ангидрита в количестве не более 1,1% для высшего сорта; 1,30% для первого сорта; 2% для второго сорта — в пересчете на ион SO_4''.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

11. Соль сорта «Экстра» для торговой сети выпускается в мелкой упаковке. Для предприятий пищевой промышленности — в двухслойных матерчатых мешках или многослойных мешках из крафтбумаги; для других промышленных предприятий допускается отгрузка как в таре, так и навалом.

Соль высшего и первого сортов помола № 0 для торговой сети выпускается в мелкой упаковке, а для других потребителей как в таре, так и навалом.

Соль высшего и первого сортов всех других помолов выпускается как в таре, так и навалом.

Соль второго сорта всех помолов выпускается как в таре, так и навалом.

Соль дробленка, зерновая и глыба выпускается навалом.

12. Под мелкой упаковкой понимается тара (коробки, пакеты, мешочки), вмещающая 1000, 500, 300 и 100 *г* соли, изготовленная из картона, бумажной массы (литая тара), шпона, крафтбумаги и белой ткани.

Крупной упаковкой считаются: тканевые мешки и рогожные кули, вмещающие от 50 до 80 *кг* и многослойные мешки из крафтбумаги, вмещающие до 50 *кг*.

Двухслойные матерчатые мешки, применяемые для упаковки соли сорта «Экстра», должны состоять из следующих оболочек: наружной — из прочного плотного материала, внутренней — бязевой, не дающей ворсинок.

13. Соль в мелкой упаковке укладывается в тесовые или фанерные ящики или упаковывается крестообразно в шпоновую обертку вместимостью от 10 до 50 *кг*, а также в ящики из литой бумаги вместимостью от 10 до 30 *кг*.

14. Вся тара должна иметь маркировку, в которой должно быть указано:

а) «НКПП — СССР»,
б) «ГЛАВСОЛЬ»,
в) название солепредприятия,
г) «Соль поваренная»,
д) сорт,
е) номера помола — для молотой соли,
ж) вес нетто,
з) дата выпуска,
и) «ГОСТ 153—41».

При маркировке соли, выпускаемой предприятиями союзных республик, слово «Главсоль» из трафарета исключается.

Для соли выварочной вместо номера помола ставится слово «выварочная».

На мелкой жесткой упаковке маркировка наносится на приклеиваемой этикетке, а на мешочках — штампом; на крупной упаковке (тканевые и крафтбумажные мешки) — штампом. При упаковке соли в рогожные кули штамп ставится на прикрепленных к ним бирках. Маркировка производится быстровысыхающей, немаркой и непахучей краской.

V. ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

15. Соль в мелкой упаковке, а также соль выварочная всех сортов хранится в закрытых складах.

Соль в крупной упаковке хранится в условиях, предохраняющих ее от атмосферных осадков.

16. Соль неупакованная может храниться на открытых площадках: цементных, деревянных, мощеных камнем или грунтовых, специально подготовленных и утрамбованных.

Вокруг площадки должна быть устроена канава для отвода атмосферных вод шириной 30 *см* и глубиной не менее 15 *см*.

17. Соль на площадках укладывается в бугры в виде конуса, усеченного конуса, усеченной четырехгранной пирамиды или другой формы, удобной для хранения и обмера.

18. При транспортировании соли должны быть приняты необходимые меры для предохранения ее от загрязнения.

Вагоны, в которые грузится пищевая соль, должны быть исправными, с непротекающей крышей, с хорошо закрывающимися люками и дверьми. Перед погрузкой соли вагоны должны быть хорошо вымыты.

19. Не допускается перевозка соли потребителям для пищевых целей на открытых платформах, а также в вагонах из-под живности или из-под химических продуктов, оставляющих после себя какой-либо запах.

20. Люки вагонов, загруженных солью, должны быть плотно закрыты, а сами вагоны должны быть опломбированы железной дорогой в присутствии представителя сдатчика.

VI. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

Наружный осмотр

21. Наружным осмотром каждой отдельной упаковки устанавливается целость ее и отсутствие загрязнений, которые могут влиять на качество продукта. При мелкой упаковке также

должны отсутствовать загрязнения, могущие портить внешний вид тары.

Наружным осмотром партии неупакованной соли устанавливается отсутствие посторонних примесей.

Отбор проб

22. Качество соли устанавливается солепредприятием.

Отгружаемая солепредприятиями соль сопровождается сертификатом, в котором указывается: вид соли по способу обработки ее, качество соли (сорт) и номера помола (для молотой соли).

23. Выдача солепредприятием сертификата, сопровождающего партию отгруженной соли, производится на основании:

а) наружного осмотра в момент погрузки соли;

б) определения крупности зерен средней пробы партии соли, на которую выдается сертификат;

в) результатов химического анализа средних проб всей отгруженной соли за прошедшие пять дней, записанных в пронумерованный, прошнурованный и опечатанный лабораторный журнал, являющийся основным документом по качеству соли, выпускаемой солепредприятиями.

Качество соли «глыба» устанавливается на солепредприятиях по анализам молотой соли данной шахты.

24. При наличии у потребителя сомнений в качестве полученной им соли, последним производится на месте получения соли отбор средней пробы по установленному настоящим стандартом порядку.

25. Вес средней пробы устанавливается следующий:

а) для соли «экстра», «молотой» (помолов № 0, № 1, и № 2), «дробленки» или «зерновой» и «глыбы» — 1,5 *кг*;

б) для молотой соли помола № 3 — 2,25 *кг*.

26. Среднюю пробу соли на месте отбора делят на три равные части в условиях, устраняющих возможность ее загрязнения, и помещают в чистые и сухие стеклянные банки или бутылки.

Посуду с пробами закрывают хорошо пригнанными корковыми или притертыми стеклянными пробками и заливают сургучом или парафином. Одна проба передается в лабораторию для анализа, вторая хранится на случай арбитражного анализа и третья передается солепредприятию.

Отобранные пробы снабжаются этикетками с четким указанием: наименования продукта, сорта, наименования солепредприятия, веса партии, числа мест, даты и места отбора пробы,

номера вагона и накладной, станции и даты отправления и лиц, отбиравших пробу. Этикетка подписывается лицами, отбиравшими пробу.

Арбитражная проба опечатывается. Опечатывание арбитражной пробы должно быть произведено способом, исключающим возможность сдвинуть пробку в горлышке банки или бутылки без повреждения печати и упаковки.

27. Выбор лаборатории для арбитражного анализа, срок и место хранения арбитражной пробы устанавливаются по письменному соглашению сторон.

При отсутствии соглашения сторон о месте выполнения анализа арбитражной пробы анализ производится в Центральной научно-исследовательской соляной лаборатории Главного управления соляной промышленности Наркомпищепрома СССР и полученные результаты являются окончательными для суждения о качестве соли.

28. Если в полученной партии соли имеются места с поврежденной упаковкой (см. п. 12), то такие места подсчитывают. При наличии сомнений о соответствии качества соли в поврежденных местах с качеством всей партии составляют среднюю пробу из таких мест и ее анализ производят отдельно.

29. Отбор средних проб соли для анализа производят следующим образом:

а) Для партии соли в мелкой упаковке пробу берут от каждого вагона или от каждых 20 *т* соли из разных мест целыми упакованными единицами (коробки, пакеты и мешочки) в следующем количестве:

для упаковок весом в	1000 *г*	3 штуки,
» » » »	500 *г*	6 штук,
» » » »	300 *г*	9 штук,
» » » »	100 *г*	24 штуки.

Соль всех отобранных упаковок тщательно смешивают.

Для партии соли в мелкой упаковке, составляющей менее чем один вагон, упакованные единицы отбираются в тех же количествах.

б) От партии соли в крупной упаковке среднюю пробу составляют из отдельных выемок, взятых щупом на глубине до $^2/_3$ общей высоты мешка или куля, из 5% числа мешков или кулей данной партии, но не менее чем из 5 мешков или кулей.

Соль всех отобранных выемок тщательно смешивают и выделяют квартованием среднюю пробу в размере, указанном в п. 25.

в) От партии соли, погруженной в вагоны без упаковки (навалом), среднюю пробу составляют из отдельных выемок, взятых щупом из каждого вагона в шести различных местах (в середине и по концам). Каждую выемку соли отбирают в количестве около 0,5 *кг*. Соль всех отобранных выемок тщательно смешивают и квартованием выделяют среднюю пробу в количестве, указанном в п. 25.

г) От партии соли в баржах среднюю пробу составляют из отдельных выемок, взятых при выгрузке ее. Первую часть выемок берут в начале разгрузки, вторую часть выемок — по выгрузке из баржи ¼ всей партии соли и третью часть выемок — по выгрузке из баржи ¾ всей соли. Выемки берут каждый раз в десяти различных точках баржи.

Всего отбирают тридцать выемок. Вес соли каждой отдельной выемки устанавливается около 0,5 *кг*.

Соль всех отобранных выемок тщательно смешивают и выделяют квартованием среднюю пробу в размере, указанном в п. 25.

д) Перед отбором пробы от партии соли, находящейся на складе или в бугре, производят тщательный наружный осмотр соли; убедившись в чистоте наружной корки, вырубают полосу соли сверху донизу шириной не менее 0,5 *м* и глубиной не менее 0,5 *м*. Полученную из выруба соль тщательно смешивают и из нее отбирают щупом в разных местах 6 выемок соли, весом около 0,5 *кг* каждая.

Соль всех отобранных выемок тщательно смешивают и выделяют квартованием среднюю пробу в количестве, указанном в п. 25.

При наличии на соли загрязненной корки последняя должна быть удалена до отбора пробы.

е) От партии соли «дробленки» или «зерновой» порядок отбора проб тот же, что и для молотой соли.

Общее количество пробы должно быть весом 60 *кг*.

Сокращение этого количества для отбора средней пробы производят следующим образом. Отобранную соль рассыпают на металлическом щите, дробят металлическим молотком до кусков размером не более 10 *мм*. После этого пробу сокращают квартованием до 10 *кг*. Полученную таким путем пробу вновь измельчают до кусков размером 5 *мм*, после чего квартованием доводят до установленного веса средней пробы.

ж) От партии соли «глыбы» пробу отбирают в количестве не менее 5 кусков среднего размера. Дробление и сокращение пробы производят так же, как и для «дробленки» или «зерновой».

30. Квартование производят следующим образом. Соль насыпают в виде правильной кучи (конусом), которую в вертикальном направлении двумя взаимно перпендикулярными сечениями делят на четыре равные части.

Две противолежащие части отбрасывают, а остальные хорошо перемешивают и указанным выше способом вновь делят на четыре части.

Деление и перемешивание продолжают до тех пор, пока вес оставшейся соли будет соответствовать установленному весу средней пробы.

VII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

31. Определение вкуса соли

Вкус соли определяют в 5%-ном водном растворе (растворителем должна служить дестиллированная вода, имеющая температуру 15—25°).

32. Определение запаха соли

Запах соли отмечают сейчас же после растирания около 20 *г* ее в чистой фарфоровой ступке.

В холодное время года проба соли перед растиранием выдерживается в закрытом сосуде до приобретения температуры воздуха помещения.

33. Определение реакции соли

Около 5 *г* соли растворяют в 15 *мл* дестиллированной воды и опускают в полученный раствор красную и синюю лакмусовые бумажки. Затем наблюдают происшедшие изменения окраски бумажек и соответственно характеризуют реакцию соли в зависимости от изменения окраски бумажек: «кислая по лакмусу», «щелочная по лакмусу», «нейтральная по лакмусу», «слабо-кислая по лакмусу», «слабо-щелочная по лакмусу». Соль со слабо-щелочной и слабо-кислой реакциями по лакмусу считается удовлетворяющей требованию настоящего ГОСТа.

34. Определение содержания влаги

Эрленмейеровскую колбу емкостью 50 *мл* вместе со вставленной в ее шейку небольшой воронкой высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105° в течение 40 минут и после охлаждения взвешивают. Вынув воронку, в колбочку всыпают около 10 *г* средней пробы соли, вставляют воронку и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 *г*.

Просушивание производят в сушильном шкафу при температуре 140—150° до постоянного веса. Первое высушивание ведут в течение одного часа, а последующие в течение 30 минут. Перед каждым взвешиванием колба охлаждается в эксикаторе.

Постоянный вес считают достигнутым, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,001 *г*.

Соль «дробленка», «зерновая» и «глыба» перед взятием навески для определения влажности должна предварительно измельчаться до величины зерна не более 5 *мм*.

Содержание влаги в процентах вычисляют по формуле:

$$x = \frac{(a-b) \cdot 100}{c},$$

где:

x — влажность соли, выраженная в %%,

a — вес эрленмейеровской колбы с воронкой и навеской до высушивания в *г*,

b — вес эрленмейеровской колбы с воронкой и навеской после высушивания в *г*,

c — навеска соли до высушивания в *г*.

Результаты вычисляют с точностью до 0,01%.

35. Подготовка пробы для последующего химического анализа

Около 100 *г* средней пробы соли растирают в тонкий порошок в фарфоровой ступке и тщательно перемешивают шпателем. Измельченная проба должна полностью просеиваться через сито со стороной квадратного отверстия 0,3 *мм*.

Если часть зерен соли останется на сите, их вновь переводят в ступку, растирают порошок соли, просеивают через то же сито и просев присоединяют к основному просеву.

Соль, потерявшую сыпучесть вследствие высокой влажности, предварительно сушат до воздушно-сухого состояния и из этой просушенной соли берут навески для растирания в ступке.

Измельченную соль хранят в стаканчике с притертой пробкой, откуда в дальнейшем берут навески для анализа.

При растирании соли в ступке и просеивании ее может иметь место потеря влаги, поэтому в подготовленной для химического анализа пробе должно быть произведено отдельное определение влажности, как описано в п. 34, с учетом которой и производят пересчет результатов анализа на сухое вещество.

Пересчет навески соли на сухое вещество производят по следующей формуле:

$$H_c = \frac{H_{вс} \cdot (100 - a)}{100},$$

где:

a—влажность соли в %%,

$H_{вс}$—навеска воздушно-сухой соли в *г*,

H_c —та же навеска в пересчете на сухое вещество в *г*.

36. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

Около 10 *г* соли отвешивают с точностью до 0,001 *г* на аналитических весах. Навеску соли количественно переводят в химический стакан емкостью 400 *мл*, приливают 200 *мл* дистиллированной воды, ставят на кипящую водяную баню или другие нагревательные приборы и при периодическом перемешивании стеклянной палочкой нагревают в течение часа, не доводя до кипения.

После этого стакан оставляют стоять 10 минут для осаждения нерастворившихся в воде веществ. Затем раствор фильтруют в мерную колбу емкостью 500 *мл* через предварительно высушенный и взвешенный вместе с бюксом бумажный фильтр, избегая перевода на фильтр нерастворившихся и осевших на дно стакана частиц.

Оставшиеся в стакане нерастворившиеся вещества с небольшим количеством раствора переводят при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником в стеклянную или фарфоровую ступку диаметром 70—80 *мм*. Оставшиеся в стакане и на палочке мелкие частицы смывают в ступку при помощи промывалки тонкой струей дистиллированной воды.

Переведенные в ступку частицы тщательно растирают пестиком. Раствор из ступки при помощи стеклянной палочки декантируют через тот же фильтр в ту же колбу.

После этого стакан, в котором производилось растворение соли, снова обмывают при помощи промывалки 10 *мл* дистиллированной воды, которую переводят затем в ступку и растирают с ней находящийся в ступке осадок в течение 5 минут. После этого раствор декантируют в колбу через фильтр.

Промывание стакана и растирание в ступке осадка с промывными водами повторяют еще 4 раза.

Оставшиеся в ступке нерастворившиеся частицы смывают струей воды на фильтр, а фильтр с осадком промывают горячей водой 4—5 раз, наполняя водой до краев и давая каж-

дый раз стекать всей жидкости полностью. Затем промывные воды проверяют на полноту промывки раствором азотнокислого серебра.

Фильтр с нерастворимым остатком подсушивают на воронке в сушильном шкафу при температуре 80—90° в течение 30 минут, а затем переводят в бюкс, в котором производилось предварительное высушивание фильтра, и сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105° до постоянного веса. Первое высушивание ведут в течение одного часа, а последующие — в течение 30 минут. Постоянный вес считают достигнутым, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,0002 *г*.

Фильтрат в колбе доводят дистиллированной водой до метки, тщательно взбалтывают и хранят для дальнейшего анализа.

При определении нерастворимых в воде веществ в вакуумной соли раствор навески соли фильтруют из стакана в мерную колбу, нерастворимые в воде вещества переводят непосредственно на фильтр, промывают, высушивают и взвешивают описанным выше способом.

При анализе соли в производственных лабораториях солепредприятий, соль которых содержит менее одного процента сернокислого кальция, что устанавливают контрольными анализами, растирание нерастворимых в воде веществ в ступке (так же как и при анализе вакуумной соли) не производят.

Содержание нерастворимых в воде веществ в процентах вычисляют по формуле:

$$x_1 = \frac{(b-a) \cdot 100}{c},$$

где:

x_1—содержание нерастворимых в воде веществ в %%,

a—вес бюкса с фильтром в *г*,

b—вес бюкса с фильтром и нерастворимыми в воде веществами в *г*,

c—навеска соли в *г*, пересчитанная на сухое вещество.

Результаты вычисляют с точностью до 0,01%.

37. Определение содержания кальция ($Ca^{"}$)

Из фильтрата, полученного при определении нерастворимых в воде веществ (см. п. 36), отбирают пипеткой 200 *мл* и переводят в стакан емкостью 400 *мл*, прибавляют 2 капли метилоранжа, 5 *мл* 10%-ного раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и к горячей жидкости прибавляют 10%-ный

раствор аммиака до перехода окраски раствора от розовой до оранжевой, после чего по каплям прибавляют тот же раствор аммиака до слабого запаха. В случае выпадения осадка раствор фильтруют через фильтр, а фильтрат собирают в стакан такой же емкости. Фильтр промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора, собирая промывные воды в стакан с фильтратом. К фильтрату прибавляют 25 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой и после выпадения осадка прибавляют небольшими порциями при перемешивании 10%-ный раствор соляной кислоты до растворения осадка, избегая введения избытка ее.

Прибавив еще 2 капли метилоранжа, раствор нагревают до кипения и осаждают кальций при энергичном помешивании стеклянной палочкой, прибавляя по каплям 10%-ный раствор аммиака до перехода цвета жидкости в стакане из розового в желтый.

Для полного осаждения образовавшегося щавелевокислого кальция раствор оставляют в течение двух часов на нагретой водяной бане, накрыв стакан часовым стеклом.

После этого раствор фильтруют через фильтр (с известным весом золы), переводя на него осадок при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником. Фильтрат, служащий в дальнейшем для определения магния, собирают в стакан емкостью 400 *мл*.

Осадок на фильтре промывают раствором щавелевокислого аммония (1 объем насыщенного раствора щавелевокислого аммония на 6 объемов дистиллированной воды) до отрицательной реакции на ион хлора с раствором азотнокислого серебра, подкисленного азотной кислотой. Промывной раствор присоединяют к фильтрату.

Влажный фильтр с осадком осторожно вынимают из воронки, помещают в предварительно взвешенный маленький фарфоровый тигель. Края фильтра подгибают с наружной стороны внутрь с таким расчетом, чтобы погрузить его ниже краев тигля. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°, осторожно озоляют на небольшом пламени горелки (или в муфельной печи) и прокаливают.

Охладив тигель, осадок осторожно смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, приливают 3—5 капель серной кислоты (50%-ной), осторожно выпаривают на водяной бане, а затем осторожно нагревают на асбестовой сетке до

прекращения выделения белых паров. После этого тигель с осадком прокаливают при температуре темнокрасного каления (400—500°) до постоянного веса и, охладив в эксикаторе, взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 *г*. Содержание кальция в соли в процентах вычисляют по формуле:

$$x_2 = \frac{0{,}294 \cdot (b - a) \cdot 500 \cdot 100}{c \cdot 200},$$

где:

x_2—содержание кальция в %%,

a—вес тигля в *г*,

b—вес тигля с осадком в *г*,

c—навеска соли в *г*, перечисленная на сухое вещество,

500—общий объем исходного раствора в *мл*,

200—объем исходного раствора, взятого для определения кальция в *мл*,

0,294—коэфициент для пересчета сернокислого кальция на кальций.

Результаты вычисляют с точностью до 0,01%.

38. Определение содержания магния ($Mg^{\cdot\cdot}$)

Фильтрат, полученный после отделения кальция, выпаривают на водяной бане до объема 150—200 *мл*. К полученному раствору, содержащему ранее введенный метилоранж, прибавляют по каплям 10%-ный раствор соляной кислоты до появления розовой окраски и тотчас же к горячему раствору приливают 10 *мл* 10%-ного раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия (Na_2HPO_4). Раствор нагревают до кипения и при перемешивании его стеклянной палочкой приливают 10%-ный раствор аммиака в количестве, приблизительно равном $^1/_3$ объема жидкости в стакане. Стакан накрывают часовым стеклом и оставляют на 12 часов.

По истечении этого времени раствор фильтруют через фильтр (с известным весом золы), осадок переводят на фильтр при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником, промывают 2,5%-ным раствором аммиака до отрицательной реакции на ион хлора промывного раствора, подкисленного азотной кислотой.

Фильтр с осадком помещают в маленький, предварительно взвешенный, фарфоровый тигель, как это описано при определении кальция, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°, медленно озоляют на небольшом пламени горелки (или в муфельной печи), не допуская образования

пламени. По окончании озоления фильтра постепенно увеличивают температуру и оканчивают прокаливание при возможно более высокой температуре — не менее 900° в электрической муфельной печи или на полном пламени горелки. Прокаливание ведется до постоянного веса.

Если осадок имеет сероватый цвет, то следует по охлаждении тигля смочить его несколькими каплями крепкой азотной кислоты, избыток кислоты удалить при слабом нагревании тигля и прокалить снова до приобретения осадком белого цвета.

Содержание магния вычисляют по следующей формуле:

$$x_3 = \frac{0{,}2184 \cdot (b-a) \cdot 500 \cdot 100}{c \cdot 200},$$

где:

x_3—содержание магния в %%,

a—вес тигля в *г*,

b—вес тигля с осадком в *г*,

c—навеска соли в *г*, пересчитанная на сухое вещество,

500—общий объем исходного раствора в *мл*,

200—объем исходного раствора в *мл*, взятый для определения магния,

0,2184—коэфициент для пересчета пирофосфорнокислого магния на магний.

Результат вычисляют с точностью до 0,01%.

39. Определение содержания сульфат-иона (SO_4'')

Из фильтрата, полученного при определении нерастворимых в воде веществ (см. п. 36), отбирают пипеткой 100 *мл* и переводят в стакан емкостью 200 *мл*, подкисляют 3 *мл* 10%-ной соляной кислоты, нагревают до кипения и приливают при непрерывном помешивании стеклянной палочкой 5 *мл* горячего 10%-ного раствора хлористого бария. После этого стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают 4 часа в теплом месте. По истечении указанного времени раствор декантируют через плотный фильтр (синяя лента). Осадок в стакане дважды промывают декантацией горячей дестиллированной водой, приливая каждый раз по 10 *мл*.

Осадок переводят на фильтр при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником и промывают горячей дестиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора.

Влажный фильтр с осадком осторожно вынимают из воронки, помещают в предварительно взвешенный маленький фарфоровый тигель. Края фильтра подгибают с наружной стороны внутрь с таким расчетом, чтобы погрузить его ниже краев тигля. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°, осторожно озоляют на небольшом пламени горелки или в муфельной печи и прокаливают. После охлаждения осадок взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 *г*.

Содержание сульфат-иона (SO_4'') в соли в процентах вычисляют по формуле:

$$x_4 = \frac{0{,}4114 \cdot (b-a) \cdot 500 \cdot 100}{c \cdot 100},$$

где:

x_4—содержание сульфат-иона (SO_4'') в %%,

a—вес тигля в *г*,

b—вес тигля с осадком в *г*,

c—навеска соли в *г*, пересчитанная на сухое вещество,

500—общий объем исходного раствора в *мл*,

100—объем исходного раствора в *мл*, взятый для определения сульфат-иона (SO_4''),

0,4114—коэфициент для пересчета сернокислого бария на сульфат-иона (SO_4'').

Результаты вычисляют с точностью до 0,01%.

40. Определение содержания калия (K^+)

Около 20 *г* соли взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 *г*, растворяют в 80 *мл* дистиллированной воды в стакане емкостью 200 *мл*. Раствор отфильтровывают от нерастворимого остатка в стакан емкостью 300 *мл*. Фильтр промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора. К фильтрату присоединяют промывные воды, подкисляют его 2—3 *мл* 15%-ного раствора уксусной кислоты и к холодному раствору периодически приливают 25 *мл* кобальтнитритного реактива при постоянном перемешивании раствора стеклянной палочкой. Стакан накрывают часовым стеклом и оставляют в темном месте на 15—18 часов.

После этого раствор из стакана осторожно декантируют в другой стакан такой же емкости, накрывают часовым стеклом и сохраняют до последующего фильтрования.

К оставшемуся в стакане осадку снова приливают 15 *мл* кобальтнитритного реактива и содержимое стакана выпари-

вают на водяной бане при помешивании стеклянной палочкой до сиропообразного состояния. Во время выпаривания прибавляют два раза по 1 *мл* 15%-ного раствора уксусной кислоты. После охлаждения к содержимому в стакане приливают 50 *мл* дистиллированной воды и, накрыв часовым стеклом, оставляют стоять не менее часа при частом помешивании.

Раствор декантируют и фильтруют при разряжении через предварительно взвешенный стеклянный тигель с пористым стеклянным дном (№ 4). Раствор, ранее слитый в стакан, фильтруют через тот же фильтр.

Затем осадок из стакана переводят на фильтр при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником, промывают его дистиллированной водой до полного обесцвечивания промывных вод.

При промывке не должно иметь место просасывания воздуха через осадок; по окончании промывки остаток воды отсасывают возможно полнее.

Тигель с осадком сушат в сушильном шкафу в течение 1—2 часов (в зависимости от величины осадка) при температуре 110° до постоянного веса.

Содержание калия вычисляют по следующей формуле:

$$x_5 = \frac{0{,}1722 \cdot (b-a) \cdot 100}{c},$$

где:

x_5—содержание калия в %%,

a—вес тигля в *г*,

b—вес тигля с осадком в *г*,

c—навеска соли в *г*, пересчитанная на сухое вещество,

0,1722—коэфициент для пересчета кобальтнитрита калия-натрия ($K_2NaCo(NO_2)_6 . H_2O$) на калий.

Результаты вычисляют с точностью до 0,01%.

Приготовление кобальтнитритного реактива

30 *г* азотнокислого кобальта ($Co(NO_3)_2$) растворяют в 60 *мл* дистиллированной воды. 50 *г* азотистокислого натрия ($NaNO_2$) растворяют в 100 *мл* дистиллированной воды. Оба раствора сливают в один стакан и к смеси прибавляют 10 *мл* ледяной уксусной кислоты.

Смесь оставляют на сутки в темном месте, затем фильтруют и хранят в темной склянке в прохладном месте.

Реактив заготовляют в небольшом количестве в соответствии с потребностями, с таким расчетом, чтобы он возобновлялся через каждые полмесяца.

41. Определение содержания окиси железа (Fe_2O_3)

Около 10 *г* соли взвешивают с точностью до 0,001 *г* на аналитических весах, растворяют в 70 *мл* дестиллированной воды в стакане емкостью в 200 *мл*. К раствору прибавляют 3 *мл* крепкой соляной кислоты и 1 *мл* крепкой азотной кислоты. Раствор кипятят в течение 10 минут, снимают с нагревательного прибора и для осаждения гидратов окиси железа и алюминия приливают 2,5%-ный раствор аммиака до неисчезающего слабого запаха. Затем раствор кипятят еще 30 минут для укрупнения осадка и фильтруют через фильтр, причем осадок переводят на фильтр при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником. После этого три раза промывают при помощи промывалки горячей водой, наполняя каждый раз фильтр до краев и давая полностью стекать жидкости. Осадок на фильтре растворяют в 15 *мл* 6%-ной соляной кислоты, обмывая ею внутреннюю поверхность фильтра в три приема. Фильтрат собирают в другой стакан емкостью в 200 *мл*, а фильтр промывают дестиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора, присоединяя промывные воды к фильтрату.

К полученному фильтрату приливают 5 *мл* 5%-ного раствора бертолетовой соли и выпаривают на водяной бане до объема 50 *мл*. По охлаждении раствор переливают в цилиндр Генера, прибавляют 5 *мл* 10%-ного раствора роданистого калия или аммония, ополаскивают стакан, в котором находился испытуемый раствор, небольшим количеством дестиллированной воды, доводят ею объем жидкости в цилиндре Генера до 100 *мл* и тщательно перемешивают раствор в цилиндре стеклянной палочкой

Окраску испытуемого раствора сравнивают с окраской раствора, приготовленного из типового раствора. Для этого во второй цилиндр Генера (таких же размеров, как и первый) наливают 5 *мл* 20%-ной соляной кислоты, 5 *мл* 10%-ного раствора роданистого калия или аммония, 5 *мл* 5%-ного раствора бертолетовой соли и такое количество точно отмеренного типового раствора, чтобы при доведении объема всей смеси до 100 *мл* получилась окраска, позволяющая производить колориметрирование при выливании из одного или другого цилиндра не более 30 *мл* раствора.

Содержание окиси железа в соли вычисляют по формуле:

$$x_6 = \frac{H \cdot a \cdot 0{,}001}{h \cdot b},$$

где:

x_6—содержание окиси железа в соли в %%,

H—высота столба раствора во втором цилиндре Генера с известным содержанием железа,

h—высота столба испытуемого раствора,

a—количество типового раствора в *мл*,

b—навеска соли, пересчитанная на сухое вещество в *г*,

0,001—произведение 0,00001 . 100, где 0,00001 — содержание окиси железа в 1 *мл* типового раствора в *г*, а 100 — множитель для пересчета на %%.

Результаты вычисляют с точностью до 0,001%.

Приготовление типового раствора

Типовой раствор готовят из свеже-перекристаллизованной соли Мора

$$(FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O).$$

Вначале готовят раствор, содержащий в 500 *мл* 0,2449 *г* соли Мора, для чего соответствующую навеску растворяют в химическом стакане емкостью 100 *мл* в небольшом количестве дестиллированной воды, прибавляют 15 *мл* 30%-ной серной кислоты и по каплям 1%-ный раствор марганцевокислого калия до полного окисления железа, что определяется появлением неисчезающего слабо-розового окрашивания. Жидкость из стакана количественно переводят в мерную колбу емкостью в 500 *мл* и разбавляют дестиллированной водой до метки. После тщательного взбалтывания отбирают пипеткой 100 *мл* раствора, переводят в мерную колбу емкостью 1 *л*, доводят дестиллированной водой до метки и взбалтывают.

Полученный таким путем раствор считается типовым и содержит железо, в пересчете на окись железа (Fe_2O_3), — 0,00001 *г* в 1 *мл*.

42. Определение содержания хлор-иона (Cl')

Из фильтрата, полученного при определении нерастворимых в воде веществ (см. п. 36), отбирают пипеткой 10 *мл* и переводят в стакан емкостью в 150 *мл*. Раствор разбавляют дестиллированной водой до объема 50 *мл* и прибавляют 4 капли 10%-ного раствора хромовокислого калия. Полученный в стакане раствор титруют 0,1 н раствором азотнокислого серебра при энергичном и непрерывном перемешивании стеклянной палочкой до момента перехода желтовато-белого цвета осадка в слабый красновато-бурый цвет, не исчезающий при дальней-

шем перемешивании. Титрование проводят на хорошо освещенном белом фоне. Из количества *мл* израсходованного на титрование азотнокислого серебра вычитают 0,1 *мл* (объем раствора азотнокислого серебра, необходимый для появления уловимой глазом окраски с индикатором в растворе, не содержащем хлора).

Содержание хлора в соли в процентах вычисляют по формуле:

$$x_7 = \frac{a \cdot 0{,}003546 \cdot 500 \cdot 100}{b \cdot 10},$$

где:

x_7—содержание хлора в %%,

a—количество *мл* раствора азотнокислого серебра, израсходованное на титрование, пересчитанное на количество *мл* точно 0,1 н раствора, уменьшенное на 0,1 *мл*,

b—навеска соли, пересчитанная на сухое вещество, в *г*,

0,003546—количество хлора, отвечающее 1 *мл* точно 0,1 н раствора азотнокислого серебра, в *г*,

500—общий объем исходного раствора в *мл*,

10—объем исходного раствора в *мл*, взятый для определения хлора.

Результаты вычисляются с точностью до 0,01%.

43. Порядок расчета результатов анализа в солевой состав

Пересчет данных анализа, выраженных в процентном содержании отдельных ионов, на солевой состав производится в порядке, указанном в нижеследующей таблице:

Катионы / Анионы	$Ca^{··}$	$Mg^{··}$	$K^{·}$	$Na^{·}$
SO_4''	1 $CaSO_4$	2 $MgSO_4$	—	3 Na_2SO_4
Cl'	4 $CaCl_2$	5 $MgCl_2$	6 KCl	7 NaCl

Последовательность связывания катионов с анионами производится в порядке номеров, проставленных в клетках таблицы. Каждая клетка соответствует определенной соли. Если при переходе к следующему номеру данная соль не может быть образована вследствие отсутствия катионов или

анионов, то переходят к следующему порядковому номеру и т. д.

44. Определение крупности зерен соли

Определение величины зерен соли производится при помощи ручного металлического сита, имеющего поддон, в который сито плотно входит своим бортиком; диаметр обруча сита 200 *мм*, высота его над сеткой 25 *мм*.

Сетка сита должна быть плетеная из проволоки со стороной квадратного отверстия, равной размерам, указанным в п.п. 5 и 6.

Подготовка пробы для определения крупности зерен соли

Если влажность соли не превышает 0,5%, то из средней пробы ее берут навеску в количестве около 220 *г* для соли сорта «экстра» и для «молотой» до помола № 2 включительно и около 550 *г* для помола № 3. Отобранную соль высушивают в фарфоровой чашке в сушильном шкафу примерно в течение 1—2 часов при температуре 100—105°.

При высушивании соль следует периодически осторожно перемешивать, а слипшиеся при просушивании комки раздавливать шпателем.

Высушивание считают законченным, когда соль приобретает сыпучесть и в ней отсутствуют комки в виде слипшихся кристаллов.

Если влажность соли превышает 0,5%, то отобранная для определения величины зерен соли навеска должна быть предварительно просушена при комнатной температуре до воздушно-сухого состояния, для чего ее раскладывают тонким слоем на листе фильтровальной бумаги. Затем соль сушат, как указано выше.

Из высушенной при температуре 100—105° и охлажденной до комнатной температуры соли отвешивают навеску в предварительно взвешенной фарфоровой чашке с точностью до 0,01 *г* в количестве: 200 *г* — для соли сорта «экстра» и для «молотой» до помола № 2 включительно и 500 *г* — для помола № 3.

Соответствующее сито вставляют в поддон и отвешенную навеску насыпают равномерным слоем на сито. Просеивание производится в течение 5 минут.

Просеянную в поддон соль переводят в предварительно взвешенную фарфоровую чашку и взвешивают с точностью до 0,01 *г*.

Количество зерен соли, просеянной в поддон, рассчитывают в процентах к навеске соли по следующей формуле:

$$x_8 = \frac{(b-a) \cdot 100}{c},$$

где:

x_8—количество соли, прошедшей через сито, в %,

a—вес фарфоровой чашки в *г*,

b—вес соли с фарфоровой чашкой в *г*,

c—навеска соли в *г*.

Количество оставшейся соли на сите вычисляют в процентах по формуле:

$$y = 100 - x,$$

где:

y—количество соли, оставшейся на сите, в % %,

x—количество соли, прошедшей через сито, в % %.

В лабораториях солепредприятий для проверки рабочих сит должен храниться контрольный комплект сит.

gost.e-ecolog.ru