СССР
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10690—63

КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ (ПОТАШ)

Издание официальное

МОСКВА
1963

gost.e-ecolog.ru

СССР
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10690—63

КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ (ПОТАШ)

Издание официальное

МОСКВА
1963

СССР

Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ (ПОТАШ)

Potassium carbonate technical (potash)

ГОСТ 10690—63

Группа Л13

Настоящий стандарт распространяется на углекислый технический калий, получаемый из нефелинового сырья.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. Углекислый технический калий по физико-химическим показателям должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы			
	Кальцинированный		Полутораводный	
	1-й сорт	2-й сорт	1-й сорт	2-й сорт
1. Содержание углекислого калия (K_2CO_3) в %, не менее	98	93	97,5	92,5
2. Содержание натрия в пересчете на углекислый натрий (Na_2CO_3) в %, не более	0,9	4,0	0,9	6,0
3. Содержание хлоридов в пересчете на Cl в %, не более	0,07	1,5	0,07	2,0
4. Содержание сернокислых солей в пересчете на (SO_4) в %, не более	0,4	1,0	0,5	1,5
5. Содержание железа в пересчете на окись железа (Fe_2O_3) в %, не более	0,005	Не определяется	0,005	Не определяется
6. Содержание нерастворимого в воде остатка в %, не более	0,1	Не определяется	0,1	Не определяется

Примечания:

1. В поташе, поставляемом для хрустальной и оптической промышленности, содержание окиси хрома (Cr_2O_3) и ванадия (V_2O_5) оговаривается между предприятием-поставщиком и предприятием-потребителем.

Внесен Государственным комитетом химической и нефтяной промышленности при Госплане СССР

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 5/XI 1963 г.

Срок введения 1/VII 1964 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

2. Для стекол электровакуумной промышленности поташ должен поставляться по особому соглашению с содержанием серы (в пересчете на SO_4) в количестве не более 0,3%.

3. В полутораводном поташе содержание веществ дано в пересчете на прокаленное вещество.

2. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика. Поставщик должен гарантировать соответствие всего выпускаемого поташа требованиям настоящего стандарта.

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3. Для контрольной проверки потребителем качества продукции, а также соответствия тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта должны применяться правила отбора проб и методы испытаний, указанные ниже.

4. При контрольной проверке поташа отбирают пробу от 100% мешков при помощи щупа, доходящего до $^3/_4$ глубины мешка.

Партией считают количество поташа одного сорта не более 60 *т*.

5. Отобранные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и методом квартования доводят вес средней пробы до 0,5 *кг*. Полученную среднюю пробу помещают в сухую чистую стеклянную банку, которую закупоривают резиновой пробкой.

6. На банку наклеивают этикетку с обозначениями: предприятия-поставщика, вида продукта, даты и места отбора пробы. Банку передают в лабораторию для анализа.

7. Определение содержания углекислого калия

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 1 н раствор.
Метиловый оранжевый, 0,1%-ный раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Проведение испытания*

1—2 *г* поташа, предварительно прокаленного при температуре 500°С и взвешенного с точностью до 0,001 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, растворяют в 50 *мл* воды, прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в оранжево-розовую.

Содержание общей щелочности в пересчете на углекислый калий (K_2CO_3) в процентах (X) вычисляют по формуле:

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

где:

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

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

G — навеска поташа в *г*.

8. Определение содержания натрия в пересчете на углекислый натрий.

А. Спектральный метод (арбитражный)

а) *Применяемые реактивы, растворы и приборы*

Спектрограф ИСП-22 или ИСП-28.

Генератор дуги. Электроды: 1-й (верхний) — медный представляет собой стержень диаметром 5 *мм*, заточенный на конус с площадкой диаметром 1,5 *мм*, 2-й (нижний) — медная пластинка размером 100×20×10 *мм*.

Напряжение 220 *в*; сила тока 5 *а*.

Расстояние между электродами 1,5 *мм*.

Аналитическая пара линий:

Na — 3302,9 Å;

K — 3446,7 Å.

Микрофотометр МФ-2.

Фотопластинки по ГОСТ 5553—57 светочувствительностью 65 единиц ГОСТ.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, «х. ч.», тонкорастертый и высушенный при температуре 500°С.

Калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4221—53, «х. ч.», тонкорастертый и высушенный при температуре 500°С.

Клеол (раствор канифоли в смеси спирта и эфира).

Проявитель.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Приготовление эталонов*

Эталоны готовят из солей натрия и калия, не содержащих примесей и имеющих состав от 1% Na_2CO_3 и 99% K_2CO_3 до 8% Na_2CO_3 и 92% K_2CO_3.

Смеси тщательно растирают в фарфоровой ступке, сушат при температуре 500°С и сохраняют в бюксе в эксикаторе, периодически просушивая перед применением.

Спектральный анализ производят по методу трех эталонов, используя аналитическую пару линий:

Na — 3302,9 Å;

K — 3446,7 Å.

Градуировочную кривую строят в координатах $\Delta S - \lg C_{Na_2CO_3}$ (разность почернения — логарифм концентрации Na_2CO_3).

в) *Проведение испытания*

Около 10 *г* поташа, предварительно прокаленного при температуре 500°С, тщательно растирают в ступке, рассеивают на медную пластинку, промытую азотной кислотой, дистиллированной водой, высушенную и смазанную клеолом.

Пластинку сушат и ставят для фотографирования спектров в качестве нижнего электрода. Экспозиция должна быть 30 *сек.* Пластинку проявляют в течение 4—5 *мин.* Разность почернения (ΔS) вычисляют по средней цифре из двух спектров.

Б. Уранилацетатный метод

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Уранил уксуснокислый, «ч. д. а.».

Магний углекислый основной по ГОСТ 6419—52.

Кислота хлорная, 30%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, «х. ч.», ледяная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.», пл. 1,1885 *г/см*^{3}.

Нейтральный красный или тропеолин 000 (4-оксинафталиназопарабензолсульфонат натрия) по ГОСТ 5103—51.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—51.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Раствор уксуснокислого уранил-магния; готовят следующим образом: 50 *г* уксусной кислоты и 100 *г* уксуснокислого уранила взвешивают с точностью до 0,1 *г* и растворяют в воде. Объем раствора в мерной колбе доводят водой до 1 *л* — раствор *1*. 100 *г* углекислого магния и 200 *г* уксусной кислоты взвешивают с точностью до 0,1 *г*. К углекислому магнию приливают 50 *мл* воды, а затем медленно приливают 200 *г* уксусной кислоты, перемешивая раствор. После прекращения выделения углекислоты раствор переводят в мерную колбу вме-

стимостью 1 *л* и разбавляют водой до метки — раствор *2*. По истечении 2 *ч* растворы *1* и *2* смешивают.

Раствор уксуснокислого уранил-магния сохраняют в склянке из темно-оранжевого стекла и непосредственно перед применением отфильтровывают необходимый для анализа объем раствора.

б) *Проведение испытания*

Навеску прокаленного при температуре 500°С поташа, содержащую не более 50 *мг* натрия, растворяют в небольшом количестве воды, прибавляют каплю индикатора нейтрального красного и осторожно, по каплям нейтрализуют соляной кислотой до перехода желтой окраски в красную. Раствор упаривают до объема 3—4 *мл*, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 *мл*, приливают 15—20 *мл* хлорной кислоты и доливают до метки этиловым спиртом. Тщательно перемешивают и оставляют в прохладном месте на 5 *мин*.

Содержимое колбы фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан вместимостью 25 *мл*, первые 5 *мл* фильтрата отбрасывают, отбирают 5 *мл* фильтрата в стакан вместимостью 25 *мл* и выпаривают досуха на песочной бане. Остаток растворяют в 1—2 *мл* воды, приливают 10 *мл* раствора уксуснокислого магний-уранила и оставляют в покое на 2 *ч* в темном месте, время от времени перемешивая раствор.

Затем раствор фильтруют через стеклянную воронку или фильтр-тигель типа ПС-4 (ГОСТ 9775—61) под вакуумом. Необходимо вначале произвести фильтрование с декантацией прозрачной жидкости над осадком.

Осадок промывают в стакане 5—10 *мл* раствора уксуснокислого магний-уранила и снова декантируют, повторяя такую операцию 3 раза. После этого смывают осадок на фильтр и промывают 3—4 раза этиловым спиртом, приливая каждый раз по 5 *мл*.

Тигель или воронку с промытым осадком помещают в сушильный шкаф и высушивают до постоянного веса при температуре 110°С.

Содержание солей натрия в пересчете на Na_2CO_3 в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{G_1 \cdot 0{,}03816 \cdot 50}{G \cdot 5},$$

где:

G — навеска поташа в *г*;

G_1 — вес осадка в *г*;

0,03816 — коэффициент пересчета натрий-магний-уранила на Na_2CO_3.

Примечание. Содержание углекислого калия (K_2CO_3) в процентах находят, вычитая из общей щелочности в пересчете на K_2CO_3 содержание солей натрия, пересчитанное на K_2CO_3.

9. Определение содержания хлоридов в пересчете на хлор

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 0,1 н раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, пл. 1,2 *г/см*^{3}.

Аммоний роданистый по ГОСТ 3768—47, 0,1 н раствор.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—48; готовят следующим образом:

190 *г* квасцов растворяют в 300 *мл* воды и прибавляют азотной кислоты (пл. 1,2 *г/см*^{3}) до изменения цвета раствора до бледно-желтого.

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Проведение испытания*

3—5 *г* первых сортов кальцинированного и полутораводного и 1,0—1,5 *г* вторых сортов поташа из предварительно прокаленной при температуре 500°С пробы, взвешенных с точностью до 0,001 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, растворяют в 50 *мл* воды, нейтрализуют азотной кислотой по лакмусовой бумажке и прибавляют 2 *мл* избытка кислоты. К раствору из бюретки приливают 5—10 *мл* раствора азотнокислого серебра, 5 *мл* раствора железоаммонийных квасцов и сильно взбалтывают. Избыток азотнокислого серебра оттитровывают раствором роданистого аммония до появления красноватой окраски, не исчезающей в течение 1—2 *мин*.

Содержание хлористых солей в пересчете на хлор (Cl) в процентах (X_2) вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(V - V_1)\,0{,}003546 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,1 н раствора азотнокислого серебра, взятый для анализа, в *мл*;

V_1 — объем точно 0,1 н раствора роданистого аммония, пошедший на титрование избытка азотнокислого серебра, в *мл*;

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

G — навеска поташа в *г*.

10. Определение содержания сернокислых солей в пересчете на SO_4

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Магний сернокислый по ГОСТ 4523—48, «х. ч.», 0,05 н раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60, «х. ч.».

Натрий сернистый (натрий сульфид) по ГОСТ 2053—43, «ч. д. а.», 20%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, «ч. д. а.».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.», разбавленная 1 : 7.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—48, «х. ч.».

Магний хлористый по ГОСТ 4209—48, «х. ч.».

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—51.

Кислотный хром темно-синий по ГОСТ 7768—55.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный раствор.

Трилон Б, 0,05 н раствор по ГОСТ 10652—63.

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 30%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Приготовление вспомогательных растворов*

Магний сернокислый, 0,05 н раствор; готовят следующим образом: 3,0811 *г* $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 *мл*, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают.

Титр раствора сернокислого магния устанавливают весовым методом.

Аммиачный буферный раствор готовят следующим образом: 67 *г* хлористого аммония растворяют в 350 *мл* воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1 *л*, приливают 570 *мл* аммиака, 25 *мл* сернистого натрия, доливают водой до метки и хорошо перемешивают.

Раствор хлористого бария, содержащего магний; готовят следующим образом: 10,0 *г* $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ и 2,0 *г* $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в воде в стакане вместимостью 500 *мл*, после чего переводят в мерную колбу вместимостью 1 *л*.

Кислотный хром темно-синий; готовят следующим образом: 0,5 *г* хром темно-синего растворяют в 10 *мл* аммиачного буферного раствора (20 *г* хлористого аммония, 100 *мл* аммиака в 1 *л* дистиллированной воды) и добавляют этилового спирта до общего объема 100 *мл*.

0,05 н раствор трилона Б; готовят следующим образом: 9,3 *г* трилона Б растворяют в воде, фильтруют (если раствор мутный), а затем переносят в мерную колбу вместимостью 1 *л*, доводят объем водой до метки и хорошо перемешивают.

Титр раствора трилона Б устанавливают по 0,05 н раствору сернокислого магния, разбавленного водой до 200 *мл*, титруют раствором трилона Б в присутствии 5 *мл* аммиачного буферного раствора и 10 капель индикатора кислотного хром темно-синего до изменения окраски в сине-зеленый цвет.

в) *Проведение испытания*

Около 1 *г* поташа взвешивают с точностью до 0,001 *г*, растворяют в 100 *мл* воды в конической колбе вместимостью 500 *мл*, приливают несколько капель перекиси водорода и кипятят в течение 5—6 *мин*. Колбу с пробой охлаждают и нейтрализуют соляной кислотой в присутствии индикатора метилового красного, нагревают и кипятят в течение 2—3 *мин*.

В кипящий раствор из бюретки приливают 5 *мл* раствора хлористого бария и снова доводят до кипения.

По истечении 15 *мин* раствор охлаждают, прибавляют 100 *мл* воды, 5 *мл* аммиачного буферного раствора и 8—10 капель раствора индикатора кислотного хром темно-синего. При интенсивном перемешивании медленно, по каплям титруют раствором трилона Б до синей (или сине-зеленой) окраски.

Содержание сернокислых солей (в том числе тиосульфатов и сульфитов) в пересчете на SO_4 в процентах (X_3) вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{(V \cdot K - V_1) \cdot 0{,}002403 \cdot 100}{G},$$

где: V — объем раствора хлористого бария, взятый для осаждения сульфатов, в *мл*;

V_1 — объем точно 0,05 н раствора трилона Б, пошедший на титрование избытка ионов бария после осаждения сульфатов, в *мл*;

K — коэффициент пересчета объема раствора хлористого бария в *мл* точно 0,05 н раствора трилона Б;

0,002403 — количество сульфатов, соответствующее 1 *мл* точно 0,05 н раствора трилона Б, в *г*;

G — навеска испытуемого поташа в *г*.

11. Определение содержания железа в пересчете на Fe_2O_3

а) *Применяемые реактивы, растворы и приборы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.».

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—51, 10%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, «х. ч.».

Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 10%-ный раствор.

Раствор содержащий Fe, III; готовят по ГОСТ 4212—62.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—48.

Бумага лакмусовая.

Фотоколориметр.

б) Приготовление эталонов для построения калибровочной кривой

Соответствующие количества миллилитров раствора железа переносят с помощью бюретки в мерные колбы вместимостью 100 *мл* с таким расчетом, чтобы содержание железа в колбах для измерения было от 0,01 до 0,5 *мг*, причем интервал между отдельными точками кривой должен быть не более 0,05—0,1 *мг*.

Растворы в колбах разбавляют до 50 *мл* водой, прибавляют хлористого калия в количестве, соответствующем взятой навеске поташа (при навеске поташа 3 *г* следует брать 3,24 *г* хлористого калия), перемешивают, прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, приливают 5 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре. Строят калибровочную кривую, откладывая на оси абсцисс оптическую плотность эталонных растворов, на оси ординат — концентрацию железа в этих растворах. Воспроизводимость калибровочной кривой проверяют по методу трех эталонов.

в) *Проведение испытания*

3 *г* поташа (из прокаленной при температуре 500°С пробы), взвешенные с точностью до 0,001 *г*, растворяют в 25 *мл* воды и нейтрализуют соляной кислотой в присутствии лакмусовой бумажки, прибавляют 5—6 капель азотной кислоты и кипятят в течение 2—3 *мин*.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, прибавляют 2 *мл* сульфосалициловой кислоты, перемешивают, приливают 5 *мл* раствора аммиака до окрашивания раствора в желтый цвет, разбавляют водой до метки и снова перемешивают. Затем измеряют оптическую плотность испытуемых растворов на фотоколориметре.

Содержание железа в пересчете на Fe_2O_3 в процентах (X_4) вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{a \cdot 100}{G},$$

где:

a — количество Fe_2O_3, найденное по калибровочной кривой, в *г*;

G — навеска испытуемого поташа в *г*.

12. Определение содержания нерастворимого в воде остатка

3 *г* поташа, взвешенного с точностью до 0,001 *г*, растворяют в 100 *мл* горячей воды и кипятят до полного растворения поташа. Отстоявшийся раствор фильтруют через плотный фильтр и промывают горячей водой до исчезновения щелочной реакции по лакмусовой бумажке.

Остаток с фильтром помещают в предварительно взвешенный фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 800—850°С до постоянного веса.

Содержание нерастворимого в воде остатка в процентах (X_5) вычисляют по формуле:

$$X_5 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G},$$

где:

G — навеска поташа в *г*;

G_1 — вес тигля с остатком после прокаливания в *г*;

G_2 — вес пустого тигля в *г*.

13. Определение содержания хрома в пересчете на Cr_2O_3

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—51, 0,1%-ный раствор в ацетоне или спирте.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, «х. ч.», пл. 1,835 *г/см*^{3}, 5%-ный раствор и растворы, разбавленные 1 : 3, 1 : 6.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, «х. ч.», 10%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,1 н раствор.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—48, раствор, содержащий Cr^{+6}; готовят следующим образом: 0,0725 *г* двухромовокислого калия (трижды перекристаллизованного и высушенного при температуре 130°С) растворяют в дистиллированной воде, после чего переносят в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, доливают водой до метки и тщательно перемешивают. 25 *мл* полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 250 *мл*, доливают водой до метки и перемешивают. 1 *мл* этого раствора содержит 0,00001495 *г* Cr_2O_3.

Ацетон по ГОСТ 2603—63.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—51.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, «х. ч.», ледяная.

Кислота щавелевая по ГОСТ 5873—51, «х. ч.», 1%-ный раствор.

Бумага лакмусовая.

Бумага универсальная (индикаторная).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Проведение испытания*

10 *г* поташа, взвешенного с точностью до 0,01 *г*, помещают в стакан, растворяют в 100 *мл* воды и нейтрализуют по лакмусовой бумаге серной кислотой, разбавленной 1 : 3, добавляют избыток кислоты 5 *мл*, разбавленной 1: 6, доводят до кипения, а затем прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до неисчезающей в течение 5 *мин* розовой окраски. Добавляют по каплям щавелевую кислоту до обесцвечивания. Горячий раствор нейтрализуют углекислым натрием до pH 10 для осаждения полуторных окислов.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доливают водой до метки и перемешивают; фильтруют аликвотную часть (в зависимости от содержания хрома), переносят в цилиндр вместимостью 100 *мл* для колориметрирования, нейтрализуют 5%-ным раствором серной кислоты (по лакмусовой бумаге) и добавляют до метки избыток этой же кислоты и 5 *мл* раствора дифенилкарбазида.

Раствор перемешивают и сравнивают интенсивность его окраски с окраской эталонного раствора. Для этого во второй цилиндр такого же размера помещают 100 *мл* 5%-ной серной кислоты, 5 *мл* раствора дифенилкарбазида и приливают по каплям из микробюретки при помешивании эталонный рас-

твор двухромовокислого калия до получения окраски, одинаковой с окраской раствора в первом цилиндре.

Содержание хрома в процентах (X_6) в пересчете на Cr_2O_3 вычисляют по формуле:

$$X_6 = \frac{V \cdot 0{,}00001495 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем израсходованного эталонного раствора двухромовокислого калия в *мл*;

0,00001495 — количество Cr_2O_3 в 1 *мл* раствора в *г*;

G — навеска поташа в *г*.

14. Определение содержания ванадия в пересчете на V_2O_5

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—48, 0,1 н раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, «х. ч.», разбавленная 1 : 3 и 1 : 6.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, 0,2 м раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—52, 0,2 м раствор.

Ацетатный буферный раствор с pH 4,4; готовят смешиванием 126 *мл* раствора уксусной кислоты и 74 *мл* раствора уксуснокислого натрия.

Кислота щавелевая по ГОСТ 5873—51, «х. ч.», 1%-ный раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, «х. ч.», 10%-ный раствор.

Аммоний метаванадиевокислый по ГОСТ 9336—60, «х. ч.» или

Пятиокись ванадия.

Раствор, содержащий ванадий; готовят следующим образом:

0,0644 *г* метаванадиевокислого аммония, перекристаллизованного и высушенного, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 *мл*, разбавляют водой до метки и перемешивают;

0,1 *г* пятиокиси ванадия, переосажденной и высушенной, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 *мл*, прибавляют несколько капель раствора едкого натра, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор содержит 1 *мг* V_2O_5 в 1 *мл* — раствор *А*.

Раствор, содержащий 0,01 *мг* V_2O_5 в 1 *мл*, готовят разбавлением в мерной колбе вместимостью 100 *мл* 10 *мл* раствора *А* водой — раствор *Б*.

Сульфоназо, 0,02%-ный раствор.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—48, 4%-ный раствор.

Перекись водорода по ГОСТ 177—55, 30%-ный раствор.

Бумага индикаторная универсальная.

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Проведение испытания*

5 *г* поташа взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в стакане в 50 *мл* воды, прибавляют 0,5 *мл* перекиси водорода и кипятят 5—7 *мин*. Горячий раствор фильтруют от следов окислов железа и нерастворимого остатка, фильтрат нейтрализуют серной кислотой в присутствии лакмусовой бумаги, добавляют избыток кислоты, доводят до кипения и добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до неисчезающего в течение 5 *мин* розового окрашивания, после чего добавляют по каплям раствор щавелевой кислоты до обесцвечивания. Раствор нейтрализуют содой до pH 7 (в присутствии индикаторной универсальной бумаги), переносят в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают. 2 *мл* полученного раствора помещают в пробирку из бесцветного стекла вместимостью 10 *мл*, прибавляют 2,75 *мл* раствора буферной смеси, 0,5 *мл* раствора фтористого натрия, перемешивают, прибавляют 0,25 *мл* раствора сульфоназо и тщательно перемешивают. Одновременно готовят шкалу эталонных растворов следующим образом: в 12 таких же пробирок помещают 0; 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025; 0,004; 0,0045; 0,005 *мг* V_2O_5; объем раствора доводят водой до 2 *мл*, в каждую пробирку прибавляют 2,75 *мл* раствора буферной смеси, 0,5 *мл* раствора фтористого натрия, перемешивают, добавляют 0,25 *мл* раствора сульфоназо и тщательно перемешивают.

Пробирки с испытуемым и эталонными растворами помещают в баню с кипящей водой на 5 *мин*, после чего кипячение прекращают и оставляют пробирки в горячей воде еще на 10 *мин*.

После охлаждения до комнатной температуры колориметрируют визуально по методу шкалы.

Содержание ванадия в пересчете на V_2O_5 в процентах (X_7) вычисляют по формуле:

$$X_7 = \frac{a \cdot 100}{G},$$

где:

a — количество эталонного раствора ванадия, соответствующее окраске испытуемого вещества, в *мг* V_2O_5.

G — навеска поташа в *г*.

III. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

15. Углекислый технический калий (поташ) упаковывают в многослойные бумажные битумированные мешки (ГОСТ 2226—62), прорезиненные мешки, мешки из пластиковой пленки или другой влагонепроницаемой тары.

Примечание. Прорезиненные мешки являются обязательной возвратной тарой. Предприятию-поставщику возвращают только мешки, пригодные для повторной упаковки и отгрузки продукции потребителем.

16. Углекислый технический калий перевозят в крытых железнодорожных вагонах.

17. Углекислый калий должен храниться в сухом закрытом помещении.

18. Каждая поставляемая партия поташа должна сопровождаться документом, удостоверяющим его качество и соответствие требованиям настоящего стандарта.

Документ должен содержать:

а) наименование организации, в систему которой входит предприятие-поставщик;

б) наименование предприятия-поставщика, его местонахождение (город или условный адрес);

в) наименование продукта;

г) вид продукта;

д) номер партии;

е) вес брутто и нетто;

ж) дату изготовления;

з) результаты проведенных испытаний или подтверждение соответствия качества продукции требованиям настоящего стандарта;

и) номер настоящего стандарта.

gost.e-ecolog.ru

Изд-во стандартов. Москва. Сдано в наб. 22/XI 1963 г. Подп. к печ. 18/XII 1963 г.

1 п. л. Тир. 6000. Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 3055