

ГОСТ 4221-76

Группа Л51

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**  
**РЕАКТИВЫ**  
**КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ**  
**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**  
**REAGENTS. POTASSIUM CARBONATE. SPECIFICATIONS**

ОКП 26 2113 1190 00

Дата введения 1977-01-01

**ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В.Грязнов, В.Г.Брудзь, И.Л.Ротенберг, З.М.Ривина, Л.В.Кидиярова, З.А.Жукова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 14.01.76 N 97

3. Срок проверки - 1996 г.; периодичность проверки - 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 4221-65

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.005-88	2а.1
ГОСТ 1770-74	3.2.1; 3.4.1; 3.12.1; 3.14.1
ГОСТ 3118-77	3.2.1; 3.12.1; 3.15
ГОСТ 3885-73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4204-77	3.2.1
ГОСТ 4212-76	3.12.1; 3.14.1
ГОСТ 4217-77	3.14.1
ГОСТ 4233-77	3.12.1
ГОСТ 4461-77	3.14.1
ГОСТ 4517-87	3.12.1
ГОСТ 4919.1-77	3.2.1; 3.5; 3.6; 3.7; 3.12.1; 3.13
ГОСТ 5457-75	3.14.1
ГОСТ 6563-75	3.3.1; 3.5
ГОСТ 6709-72	3.2.1; 3.4.1; 3.12.1; 3.14.1
ГОСТ 9147-80	3.4.1
ГОСТ 10398-76	3.12.1

ГОСТ 10485-75	3.13
ГОСТ 10555-75	3.11
ГОСТ 10652-73	3.12.1
ГОСТ 10671.1-74	3.5
ГОСТ 10671.4-74	3.9
ГОСТ 10671.5-74	3.6
ГОСТ 10671.6-74	3.7
ГОСТ 10671.7-74	3.8
ГОСТ 17319-76	3.15
ГОСТ 19433-88	4.1
ГОСТ 20292-74	3.2.1; 3.12.1; 3.14.1
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.9; 3.11; 3.12.1
ГОСТ 25794.1-83	3.2.1
ГОСТ 27025-86	3.1a

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 27.06.91 N 1057

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1993 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в июле 1986 г., июне 1991 г. (ИУС 10-86, 10-91).

Настоящий стандарт распространяется на углекислый калий (поташ), который представляет собой порошок или комочки белого цвета, легко растворим в воде, гигроскопичен, нерастворим в спирте и эфире.

Формула  $K_2CO_3$ .

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) - 138,21.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Углекислый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

1.1. По химическим показателям углекислый калий должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2113 1193 08	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2113 1192 09	Чистый (ч.) ОКП 26 2113 1191 10
1. Массовая доля углекислого калия ( $K_2CO_3$ ), %, не менее	99,0	99,0	98,0
2. Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более	0,8	1,0	2,0

3. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005	0,010
4. Массовая доля кремнекислоты (SiO <sub>2</sub> ), %, не более	0,004	0,004	0,010
5. Массовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, не более	0,003	0,004	0,010
6. Массовая доля фосфатов (PO <sub>4</sub> ), %, не более	0,001	0,001	Не нормируется
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,010
8. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,001	0,002
9. (Исключен, Изм. N 2).			
10. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
11. Массовая доля кальция и магния (Ca+Mg) в пересчете на Mg, %, не более	0,003	0,008	Не нормируется
12. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00004	0,00005	0,00005
13. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,5	Не нормируется	
14. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0005	0,0005

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 2А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Углекислый калий - умеренно опасное вещество (3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88). Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны - 2 мг/м<sup>3</sup>.

Вдыхание пыли углекислого калия может вызывать раздражение дыхательных путей, конъюнктивит, иногда - желудочно-кишечные заболевания. При длительном контакте с препаратом возможны изъязвления слизистой носа и кожи.

2а.2. При работе с препаратом следует применять средства индивидуальной защиты, не допускать попадания препарата внутрь организма.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывнодействующей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления - укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

Разд.2а. (Измененная редакция, Изм. N 2).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

2.2. Массовую долю мышьяка и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.  
(Введен дополнительно, Изм. N 2).

### 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025-86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 180 г.

Определение массовой доли углекислого калия и массовой доли потерь при прокаливании необходимо проводить сразу после вскрытия банки.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.2. Определение массовой доли углекислого калия

3.2.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Бюретка 1(2)-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74\*.

\* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29227-91-ГОСТ 29229-91, ГОСТ 29251-91-ГОСТ 29253-91. Здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) или

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор концентрации  $c(\text{HCl}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1-83.

Метилловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%, готовят по ГОСТ 4919.1-77

3.2.2. Проведение анализа

Около 2,7000 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды. Полученный раствор титруют из бюретки раствором соляной кислоты или серной кислоты в присутствии метилового оранжевого до перехода желтой окраски в оранжевую; затем раствор нагревают и кипятят 2-3 мин. Если после охлаждения вновь появится желтая окраска, титрование раствора продолжают до перехода в оранжевую, не исчезающую при кипячении.

3.2.3. Обработка результатов

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

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

где  $V$  - объем раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  - масса навески препарата, г;

0,0691 - масса углекислого калия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,5\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.2.1-3.2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.3. Определение массовой доли потерь при прокаливании

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3.1. Проведение анализа

2,00 г препарата помещают в широкий платиновый тигель (N 107-3 по ГОСТ 6563-75), предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), осторожно нагревают на песчаной бане до 270-300 °С (термометр помещают в песок около тигля) и прокаливают при этой температуре до постоянной массы.

Вследствие гигроскопичности препарата при всех взвешиваниях тигель помещают в стаканчик для взвешивания (ГОСТ 25336-82).

3.3.2. Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где  $m$  - масса навески препарата, г;

$m_1$  - масса остатка после прокаливания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,15%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,1\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.3.1; 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.4. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

(Измененная редакция, Изм. N 1).

#### 3.4.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Стакан В-1-600 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336-82 или тигель Гуча по ГОСТ 9147-80.

Цилиндр 1(3)-250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

#### 3.4.2. Проведение анализа

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 200 см<sup>3</sup> воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане, затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105-110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый - 1,0 мг;

для препарата чистый для анализа - 1,0 мг;

для препарата чистый - 2,0 мг.

Допускается применение тигля Гуча с бумажным кружком из обеззоленного фильтра "синяя лента". Фильтр промывают 100 см<sup>3</sup> раствора углекислого калия с массовой долей 10% (по настоящему стандарту), 100 см<sup>3</sup> воды и сушат до постоянной массы в условиях определения.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 35\%$  для препарата химически чистый и чистый для анализа,  $\pm 20\%$  для препарата чистый при доверительной вероятности  $F^P = 0,95$ .

3.5. Определение массовой доли кремнекислоты проводят по ГОСТ 10671.1-74. При этом 0,50 г препарата, взвешенного в платиновой чашке (по ГОСТ 6563-75), растворяют в 10 см<sup>3</sup> воды. К раствору прибавляют 1-2 капли раствора  $\alpha$ -нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1-77), нейтрализуют раствором серной кислоты до обесцвечивания раствора, добавляя ее по каплям при перемешивании платиновым шпателем. Затем прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> избытка той же кислоты, раствор переносят в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (с меткой на 20 см<sup>3</sup>), кипятят в течение 5 мин, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят методом с применением в качестве восстановителя двойной серно-кислой соли закиси железа и аммония (способ 1), не прибавляя раствор серной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса кремнекислоты не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,020 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,020 мг,

для препарата чистый - 0,050 мг.

Допускается проводить определение методом с применением в качестве восстановителя метола (способ 2).

При разногласиях в оценке массовой доли кремнекислоты анализ проводят по способу 1 фотометрически.

3.6. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (с меткой на 25 см<sup>3</sup>), растворяют в 10 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1-2 капли раствора  $\alpha$ -нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1-77), медленно при тщательном перемешивании нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 10% до обесцвечивания раствора. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", промытый горячей водой.

Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,03 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,04 мг,

для препарата чистый - 0,10 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.7. Определение массовой доли фосфатов проводят по ГОСТ 10671.6-74. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, смачивают 6 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1-2 капли раствора  $\alpha$ -нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1-77) и осторожно по каплям прибавляют раствор азотной кислоты до растворения препарата и обесцвечивания раствора. Объем раствора доводят водой до 15 см<sup>3</sup> и далее определение проводят фотометрически по желтой окраске фосфорно-ванадиевомолибденового комплекса.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса фосфатов не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,02 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,02 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

3.8. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7-74. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%, в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (для фототурбидиметрического метода) или в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> с меткой на 40 см<sup>3</sup> (для визуально-нефелометрического метода). Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не прибавляя раствор азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,020 мг,

для препарата чистый - 0,100 мг.

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

3.9. Определение массовой доли общего азота проводят по ГОСТ 10671.4-74. При этом навеску препарата помещают в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией и растворяют в воде. Далее определение проводят фотометрическим методом в объеме 50 см<sup>3</sup> (масса навески препарата 1,00 г) или визуально-

колориметрическим методом (масса навески препарата 2,00 г).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса общего азота не будет превышать (при массе навески препарата 1,00 г.):

для препарата химически чистый - 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг,

для препарата чистый - 0,02 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

3.4.1-3.9. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.10-3.10.2. (Исключены, Изм. N 2).

3.11. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555-75. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336-82) и растворяют в 15 см<sup>3</sup> воды. Затем при перемешивании по каплям прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и кипятят в течение 5 мин. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,020 мг,

для препарата чистый - 0,040 мг.

Допускается заканчивать определение визуально в объеме 30 см<sup>3</sup>.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.12. Определение массовой доли кальция и магния в пересчете на магний

3.12.1. Реактивы, растворы, аппаратура и посуда:

лакмусовая бумага;

буферный раствор 1 с рН 9,5-10; готовят по ГОСТ 10398-76;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

1-[(1-окси-2-нафтил)-азо]-6 нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты натриевая соль (эриохром черный Т), индикаторная смесь, готовят по ГОСТ 4919.1-77;

кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с массовой долей 10%, готовят по ГОСТ 4517-87;

натрий хлористый по ГОСТ 4233-77;

раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212-76; соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> Mg;

соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652-73, раствор концентрации  $c$  (ди-Na-ЭДТА)=0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 М); готовят по ГОСТ 10398-76, соответствующим разбавлением



водой готовят раствор концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup> ;

бюретка 1(2)-2-5-0,02, 6-2-5 или 7-2-10 по ГОСТ 20292-74;

колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82;

пипетка 6(7)-2-5(10) по ГОСТ 20292-74;

цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770-74.

### 3.12.2. Проведение анализа

2,50 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 90 см<sup>3</sup> воды, нейтрализуют раствором соляной кислоты (около 13 см<sup>3</sup>) по лакмусовой бумаге. Раствор нагревают до кипения, осторожно кипятят в течение 5 мин и охлаждают. Затем прибавляют при перемешивании 1 см<sup>3</sup> раствора массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> Mg, 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски раствора в синюю.

Одновременно титруют контрольный раствор, содержащий в таком же объеме те же количества буферного раствора, индикаторной смеси и 1 см<sup>3</sup> раствора массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> Mg

### 3.12.3. Обработка результатов

Массовую долю суммы кальция и магния ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $V$  - объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  - объем раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  - масса навески препарата, г;

0,000243 - масса магния, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, г.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на содержание Mg и Ca в соляной кислоте, определяемую контрольным опытом после выпаривания досуха 13 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0006%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,0006\%$  при доверительной вероятности  $P =$

0,95.

3.13. Определение массовой доли мышьяка проводят по ГОСТ 10485-75. При этом 2,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка, растворяют в 15 см<sup>3</sup> воды, раствор нейтрализуют в присутствии двух капель раствора  $\alpha$ -нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1-77) раствором серной кислоты,

доводят объем раствора водой до  $30\text{ см}^3$  и далее определение проводят методом с применением бромно-ртутной бумаги в серно-кислой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый -  $0,0008\text{ мг As}$ ,

для препарата чистый для анализа -  $0,0010\text{ мг As}$ ,

для препарата чистый -  $0,0010\text{ мг As}$ ,

$20\text{ см}^3$  раствора серной кислоты,  $0,5\text{ см}^3$  раствора двухлористого олова и  $5\text{ г}$  цинка.

3.12.1-3.13. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

### 3.14. Определение массовой доли натрия

#### 3.14.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы:

фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр "Сатурн";

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети, или ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457-75;

горелка;

распылитель;

колба 2-100-2 по ГОСТ 1770-74;

пипетка 6(7)-2-5 по ГОСТ 20292-74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода ос.ч. 27-5;

калий азотно-кислый по ГОСТ 4217-77, х.ч., дважды перекристаллизованный, не содержащий натрия в условиях методики определения; раствор, содержащий  $14,60\text{ г}$  в  $100\text{ см}^3$  - раствор Б;

кислота азотная по ГОСТ 4461-77, х.ч.,

раствор, содержащий натрий; готовят по ГОСТ 4212-76 - раствор А.

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

#### 3.14.2. Приготовление растворов сравнения

В три мерные колбы помещают указанные в табл.2 объемы растворов А и Б, доводят объемы растворов водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, $\text{см}^3$	Объем раствора Б, $\text{см}^3$	Масса натрия в $100\text{ см}^3$ раствора сравнения, мг	Массовая доля натрия в препарате, %

1	1,0	10	1	0,1
2	3,0	10	3	0,3
3	5,0	10	5	0,5

### 3.14.3. Приготовление анализируемого раствора

1,00 г препарата помещают в мерную колбу и растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды, подкисленной 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

### 3.14.4. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий натрия 589,0-589,6 нм, возникающих в спектре пламени пропан-бутан-воздух, при введении в него растворов сравнения и анализируемых растворов.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование растворов сравнения и анализируемых растворов в порядке возрастания содержания примеси натрия. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примеси натрия, и вычисляют среднее арифметическое значение показаний для каждого раствора. После каждого замера распыляют воду.

### 3.14.5. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, а на оси абсцисс - массовую долю примеси натрия в пересчете на препарат. Массовую долю примеси находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 10\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.15. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319-76. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (с меткой на 20 см<sup>3</sup>), прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды, осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумаге раствором соляной кислоты (ГОСТ 3118-77) с массовой долей 25%, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят тиацетамидным методом фотометрически или визуально-колориметрически.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,025 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг,

для препарата чистый - 0,025 мг.

Допускается проводить определение сероводородным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят тиацетамидным методом фотометрически.

3.14.1-3.15. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 11-1, 11-6.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

На тару наносят классификационный шифр 9163 по ГОСТ 19433-88.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - 1 год со дня изготовления.

Разд.5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Разд.6. (Исключен, Изм. N 1).

Электронный текст документа  
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:  
официальное издание  
М.: Издательство стандартов, 1993