



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

# НАТР ЕДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ГОСТ 2263—71

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ  
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР  
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# НАТР ЕДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ГОСТ 2263—71

Издание официальное

МОСКВА — 1976



## НАТР ЕДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Sodium hydroxide technical

ГОСТ  
2263—71\*Взамен  
ГОСТ 2263—59

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 21 сентября 1971 г. № 1624 срок введения установлен

с 01.01.73

в части марки РД-2 срок действия установлен

до 01.01.77

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на технический твердый едкий натр (чешуированный или плавленый) и в виде раствора, полученный химическим методом и методами ртутного и диафрагменного электролиза раствора хлористого натрия.

Технический едкий натр применяется в химической, целлюлозно-бумажной хлопчатобумажной, меховой, трикотажной и других отраслях промышленности.

Формула:  $\text{NaOH}$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1967 г.) — 39,97.

Едкий натр представляет собой едкое вещество, которое, попадая на кожу, вызывает химические ожоги; едкий натр при систематическом воздействии на кожу вызывает образование язв и экзем. Попадание едкого натра на слизистую оболочку глаз опасно. Предельно допустимая концентрация для аэрозоля едкого натра в воздухе производственных помещений  $0,5 \text{ мг/м}^3$ .

Едкий натр требует осторожного обращения и применения санитарных мер защиты органов дыхания, зрения и кожных покровов.

**1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. В зависимости от внешнего вида, метода производства и качества технический едкий натр должен выпускаться следующих марок:

**Издание официальное****Перепечатка воспрещена**

\* Переиздание (апрель 1976 г.) с изменением № 1,  
опубликованным в октябре 1975 г.

ТР — твердый ртутный (чешуированный);  
 ТХ-1 и ТХ-2 — твердый химический (плавленный и чешуированный);  
 ТД — твердый диафрагменный (плавленный и чешуированный);  
 РР — раствор ртутный;  
 РХ-1 и РХ-2 — раствор химический;  
 РДУ, РД-1, РД-2 — раствор диафрагменный.

1.2. По физико-химическим показателям технический едкий натр должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1—2.

Таблица 1

Наименования показателей	Нормы для марок твердого едкого натра			
	ТР	ТХ-1	ТХ-2	ТД
1. Внешний вид и цвет	Чешуированная или плавленная масса белого цвета. Допускается слабая окраска			
2. Содержание едкого натра (NaOH), %, не менее	98,5	97,0	96,0	94,0
3. Содержание углекислого натрия (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ), %, не более	0,8	1,5	1,9	1,8
4. Содержание хлористого натрия (NaCl), %, не более	0,05	0,7	0,9	3,5
5. Содержание железа в пересчете на Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %, не более	0,005	0,01	0,02	0,1
6. Содержание (суммарное) окислов железа, алюминия и марганца, %, не более	0,02	Не нормируется		
7. Содержание кремниевой кислоты (SiO <sub>2</sub> ), %, не более	0,02	0,5	0,5	Не нормируется
8. Содержание сульфата натрия (Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), %, не более	0,03	0,6	0,9	0,9
9. Содержание кальция и магния в пересчете на Ca, %, не более	0,01	Не нормируется		
10. Содержание хлорноватокислого натрия (NaClO <sub>3</sub> ), %, не более	0,01	Не нормируется		0,3
11. Содержание тяжелых металлов группы H <sub>2</sub> S в пересчете на Pb, %, не более	0,01	Не нормируется		
12. Содержание ртути (Hg), %, не более	0,0005	Не нормируется		

## Примечания:

1. Нормы примесей в техническом твердом едком натре даны в пересчете на 100%-ный продукт.

2. В техническом едком натре марки ТХ-1, применяемом в производстве металлического натрия, содержание кремниевой кислоты должно быть не более

0,1%, калия — не более 0,1%, суммы кальция и магния в пересчете на Са — не более 0,03%.

3. На экспорт должен поставляться технический едкий натр марок ТХ-1, ТХ-2, с содержанием едкого натра не менее 97,5%, марки ТР — с содержанием едкого натра не менее 99%.

Таблица 2

Наименования показателей	Нормы для марок технического едкого натра в виде раствора					
	РР	РХ-1	РХ-2	РДУ	РД-1	РД-2
1. Внешний вид и цвет	Бесцветная прозрачная жидкость	Бесцветная прозрачная или окрашенная от пепельного до голубого цвета жидкость. Допускается выкристаллизованный осадок				
2. Содержание едкого натра (NaOH), %, не менее	42	45,5	43	50	44	42
3. Содержание углекислого натрия (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ), %, не более	0,6	1,1	2,0	1,0	1,2	2,0
4. Содержание хлористого натрия (NaCl), %, не более	0,05	1,0	1,5	2,2	3,8	4,0
5. Содержание железа в пересчете на Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %, не более	0,0015	0,008	0,2	0,03	0,03	0,04
6. Содержание (суммарное) окислов железа, алюминия и марганца, %, не более	Не нормируется	0,05	Не нормируется			
7. Содержание кремниевой кислоты (SiO <sub>2</sub> ), %, не более	0,008	0,5	Не нормируется			
8. Содержание сульфата натрия (Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), %, не более	0,03	Не нормируется				
9. Содержание кальция и магния в пересчете на Са, %, не более	0,003	Не нормируется				
10. Содержание хлорноватокислого натрия (NaClO <sub>3</sub> ), %, не более	0,01	Не нормируется	0,2	0,3	Не нормируется	
11. Содержание тяжелых металлов группы H <sub>2</sub> S в пересчете на Pb, %, не более	0,003	Не нормируется				
12. Содержание алюминия в пересчете на Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %, не более	0,01	Не нормируется				
13. Содержание ртути (Hg), %, не более	0,0005	Не нормируется				
14. Содержание меди (Cu), %, не более	Не нормируется	0,002	Не нормируется			

**Примечания:**

1. Нормы примесей в техническом едком натре в виде раствора даны в пересчете на 100%-ный продукт.

2. Содержание меди (п. 14 табл. 2) определяется по требованию потребителей.

3. Для тепловых электростанций должен поставляться технический едкий натр марок РДУ, РД-1, РД-2.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 10 1975 г.).

## **2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ**

2.1. Для проверки качества технического едкого натра на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта должны применяться правила отбора проб и методы анализа, указанные ниже.

2.2. Технический едкий натр должен поставляться партиями. В партию включают продукт однородный по своим качественным показателям в любом количестве, одновременно отправляемому в один адрес и сопровождаемому одним документом о качестве.

При отправке продукта в железнодорожных цистернах цистерну принимают за партию.

2.3. Пробы отбирают из каждой цистерны или от 10% тарных мест, но не менее чем от трех при малых партиях.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ удвоенного количества проб, взятых от той же партии. Результаты повторных анализов считаются окончательными и распространяются на всю партию.

## **3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

3.1. Пробу едкого натра в растворе из цистерны и контейнера отбирают при помощи пробоотборника из нержавеющей стали или при помощи склянки из трех разных мест по высоте, вблизи дна, из середины и вблизи поверхности жидкости.

Пробу из бочек отбирают стеклянной трубкой с грушей, опускаемая ее до дна тары.

Отобранные пробы быстро перемешивают и полученную среднюю пробу общим объемом не менее 0,5 л помещают в чистую сухую стеклянную банку или полиэтиленовую посуду, тщательно перемешивают и герметично закупоривают.

3.2. Пробу твердого чешуированного едкого натра отбирают при помощи щупа из нержавеющей стали, погруженного на  $\frac{3}{4}$  глубины тарного места.

Пробу твердого плавленого едкого натра отбирают специальным пробоотборником из нержавеющей стали со сверлящим приспособлением. Разрешается отбирать пробы из расплавленного продукта во время разлива в барабаны.

Отобранные пробы быстро перемешивают и полученную среднюю пробу общей массой не менее 0,5 кг помещают в чистую сухую стеклянную банку или полиэтиленовую посуду, которую плотно закрывают резиновой пробкой.

3.3. На стеклянную или полиэтиленовую посуду со средней пробой наклеивают этикетку с обозначениями наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии, даты и места отбора пробы и фамилии лица, отобравшего пробу.

Банку с пробой передают в лабораторию для анализа.

3.4. Отбор проб и анализ продукта производят при соблюдении санитарных норм и правил по технике безопасности, принятых для работы с едкими химическими веществами. Пробы отбирают в защитных очках, резиновых перчатках и в фартуке.

3.5. Внешний вид твердого продукта определяют визуально в открытой таре, а раствора — в пробирке из бесцветного стекла диаметром 12 мм в проходящем свете.

3.6. Приготовление анализируемых растворов

**Натр едкий твердый.** С пробы едкого натра удаляют верхний выветрившийся слой, быстро отбирают около 20 г продукта и взвешивают в стаканчике с точностью до 0,01 г, затем навеску переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и растворяют в воде. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят объем его до метки водой и тщательно перемешивают — раствор *А*.

**Натр едкий раствор.** 25 мл едкого натра отбирают цилиндром в стаканчик и взвешивают с точностью до 0,01 г. Содержимое стаканчика переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, приливают 300—400 мл воды, раствор охлаждают до комнатной температуры, затем доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают — раствор *Б*.

**Натр едкий твердый и в виде раствора.** Твердый едкий натр в количестве 100 г или едкий натр в виде раствора, в количестве, соответствующем 100 г 100%-ного едкого натра, взвешивают с точностью 0,01 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, затем приливают 200—300 мл воды, не содержащей  $\text{CO}_2$ , охлаждают до комнатной температуры, доводят объем раствора до метки водой, тщательно перемешивают и переносят в полиэтиленовую посуду — раствор *В*.

5 мл полученного раствора содержат 1 г едкого натра.



Навеску едкого натра ( $m$ ) в граммах вычисляют по формуле

$$m = \frac{100 \cdot 100}{X},$$

где  $X$  — содержание NaOH, определяемое по п. 3.7, %.

### 3.7. Определение содержания едкого натра

#### 3.7.1. Применяемые реактивы и растворы:

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, 1 н раствор;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 10%-ный раствор;

вода дистиллированная, не содержащая  $\text{CO}_2$ , готовят по ГОСТ 4517—75.

#### 3.7.2. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 мл приливают 25 мл раствора А или Б, прибавляют к нему 20 мл раствора хлористого бария, быстро закрывают колбу пробкой, перемешивают и оставляют в покое.

Через 5 мин добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты до обесцвечивания.

#### 3.7.3. Обработка результатов

Содержание едкого натра в твердом или жидком продукте ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,04 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где  $V$  — объем точно 1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;

0,04 — количество едкого натра, соответствующее 1 мл точно 1 н раствора соляной кислоты, г;

$m$  — навеска едкого натра, взятая для приготовления раствора А или Б (по п. 3.6), г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,2 абс. %.

### 3.8. Определение содержания углекислого натрия

#### 3.8.1. Применяемые реактивы и растворы:

кислота соляная по ГОСТ 3118—67 х. ч., 1 и 0,1 н растворы;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

метилловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64,

0,1%-ный водный раствор, готовят по ГОСТ 4919—68;

вода дистиллированная, не содержащая  $\text{CO}_2$ , готовят по ГОСТ 4517—75;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 10%-ный водный раствор.

### 3.8.2. Проведение анализа

В коническую колбу пипеткой вводят 10 мл раствора *B* (по п. 3.6), 15 мл раствора хлористого бария, 2—3 капли фенолфталеина, через 3 мин титруют пробу 1 н раствором соляной кислоты до обесцвечивания. Отмечают объем соляной кислоты, израсходованный на титрование.

В параллельной пробе ведут титрование в таких же условиях, но прибавляют 1 н раствора соляной кислоты на 1 мл меньше, чем в первом титровании. Затем дотитровывают пробу 0,1 н раствором соляной кислоты до обесцвечивания. Далее прибавляют 2—3 капли метилового оранжевого, отмечают уровень кислоты в бюретке с 0,1 н раствором кислоты и титруют до перехода окраски раствора в слабо-розовый цвет. Отмечают объем кислоты, израсходованный на титрование, по метиловому оранжевому.

### 3.8.3. Обработка результатов

Содержание углекислого натрия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0053 \cdot 100}{2},$$

где  $V$  — объем точно 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по метиловому оранжевому, мл;

0,0053 — количество углекислого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора соляной кислоты, г;

2 — количество едкого натра, содержащееся в 10 мл раствора *B*, г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,04 абс. %.

## 3.9. Определение содержания хлористого натрия

### 3.9.1. Применяемые реактивы и растворы:

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, х. ч.;

натрий нитропруссидный, 10%-ный раствор;

ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520—68, 0,1 и 0,01 н растворы;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

### 3.9.2. Проведение анализа

10 мл раствора *B* (п. 3.6) для едкого натра марок ТР и РР или 50 мл раствора *A* или *B* (п. 3.6) для других марок отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором

азотной кислоты, добавляя еще 1—2 капли ее избытка, и 6—8 капель раствора нитропруссиды натрия, затем титруют 0,01 н раствором азотнокислой ртути для едкого натра марок ТР, РР и 0,1 н раствором для других марок до появления муты, не исчезающей при перемешивании.

Одновременно проводят контрольный опыт, беря вместо щелочи 10 или 50 мл дистиллированной воды и все остальные реактивы в таких же количествах как при титровании пробы.

### 3.9.3. Обработка результатов

Содержание хлористого натрия в едком натре марок ТР и РР ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0005846 \cdot 100}{2},$$

где  $V$  — объем точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, мл;

$V_1$  — объем точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл;

2 — количество едкого натра, содержащееся в 10 мл раствора В (по п. 3.6), г;

0,0005846 — количество хлористого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути, г.

Содержание хлористого натрия в едком натре других марок ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,005846 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot X},$$

где  $V$  — объем точно 0,1 н раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование пробы, мл;

$V_1$  — объем точно 0,1 н раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл;

$m$  — навеска едкого натра, взятая для приготовления раствора А или Б (по п. 3.6), г;

0,005846 — количество хлористого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора азотнокислой ртути, г;

$X$  — содержание едкого натра в продукте, определяемое по п. 3.7, %.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,002 абс. % при норме 0,05—0,09% и 0,02 абс. % при норме 1—4%.

## 3.10. Определение содержания железа

### 3.10.1. Применяемые реактивы, растворы и приборы:

аммиак водный по ГОСТ 3760—64;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, х. ч., 25%-ный раствор;

кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—68, 10%-ный раствор;

раствор, содержащий железо, готовят по ГОСТ 4212—76, рабочий раствор (свежеприготовленный) должен содержать 0,01 мг железа в 1 мл;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага лакмусовая;

фотоколориметр типа ФЭК-56 или другого типа.

### 3.10.2. Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят раствор железа в количествах, соответствующих 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг Fe. Одновременно в мерной колбе готовят контрольный раствор, не содержащий железа.

В каждую колбу прибавляют до 25 мл воды, 1 мл раствора соляной кислоты, 2 мл раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 мл раствора аммиака, доводят водой до 50 мл и вновь перемешивают.

Через 10 мин измеряют величину оптической плотности стандартных растворов по отношению к контрольному раствору в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь синим светофильтром.

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс содержание железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им величины оптической плотности.

### 3.10.3. Проведение анализа

5 мл раствора В (п. 3.6) отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают пипеткой 5 мл раствора В для анализа едкого натра марок ТР и РР или 2 мл приготовленного раствора для анализа едкого натра марок ТД-1, РХ-2 или 10 мл приготовленного раствора для анализа продукта других марок, переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, приливают 20 мл воды, затем осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумажке (проба на вынос) раствором соляной кислоты, прибавляют 1 мл избытка той же кислоты, 2 мл раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 мл раствора аммиака, доводят объем раствора водой до 50 мл и вновь перемешивают.

Через 10 мин измеряют величину оптической плотности анализируемого раствора, как указано в п. 3.10.2.

По полученной величине оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком, находят содержание железа в анализируемом растворе.

3.10.4. *Обработка результатов*

Содержание железа (Fe) в пересчете на  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  в ртутном едком натре ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{a \cdot 100}{1 \cdot 1000} \cdot 1,43.$$

Содержание железа (Fe) в пересчете на  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  в едком натре других марок ( $X_5$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{V \cdot 1 \cdot 1000} \cdot 1,43,$$

где  $a$  — количество Fe, найденное по калибровочному графику, мг;

$V$  — объем раствора, взятый для определения, мл;

$1$  — количество едкого натра, содержащееся в 5 мл раствора  $B$ , г;

1,43 — коэффициент пересчета Fe на  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

При необходимости в результат вносят поправку на содержание железа в применяемом для нейтрализации количестве соляной кислоты, определяемую контрольным опытом.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,00005 абс. % для едкого натра марок ТР, РР и 0,0005 абс. % для других марок.

3.11. Определение суммарного содержания окислов железа, алюминия и марганца

3.11.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н раствор;

бумажка лакмусовая;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.11.2. *Проведение анализа*

25 мл раствора  $B$  (по п. 3.6) помещают в фарфоровую чашку, добавляют 20 мл соляной кислоты и выпаривают досуха.

Затем остаток смачивают 10 мл соляной кислоты, снова выпаривают и сушат в сушильном шкафу при 120°C в течение 2 ч.

После охлаждения остаток опять смачивают 5 мл соляной кислоты, прибавляют к нему 100 мл горячей воды, дав постоять на водяной бане в течение 15 мин, фильтруют раствор через беззольный фильтр и промывают осадок до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора (проба раствором азотнокислого серебра).

К полученному фильтрату прибавляют 0,5 мл азотной кислоты и выпаривают на песчаной бане до объема 200 мл.

Затем прибавляют по каплям небольшое количество водного аммиака до щелочной реакции (проба лакмусовой бумажкой) и оставляют в покое на 5—10 мин, затем фильтруют горячий раствор через беззольный фильтр.

Осадок на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора. Фильтр с осадком сушат, сжигают и прокаливают до постоянной массы.

### 3.11.3. Обработка результатов

Содержание окислов железа, алюминия и марганца ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ) ( $X_6$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 100}{5},$$

где  $m_1$  — масса прокаленного остатка, г;

5 — количество едкого натра, содержащееся в 25 мл раствора  $B$ , г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,0005 абс. %.

## 3.12. Определение содержания кремниевой кислоты

### 3.12.1. Применяемые реактивы, растворы и приборы:

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72, х. ч., 10%-ный раствор (препарат растворяют при слабом нагревании, охлаждают и, если раствор мутный, его фильтруют; годен в течение 3—4 суток);

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, 25%-ный раствор;

$n$  — нитрофенол, 0,2%-ный раствор;

раствор, содержащий  $\text{SiO}_2$ , готовят по ГОСТ 4212—76, рабочий раствор свежеприготовленный должен содержать 0,1 мг  $\text{SiO}_2$  в 1 мл;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-Н-57 или другого типа.

### 3.12.2. Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят раствор с содержанием  $\text{SiO}_2$  соответственно 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мг.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий  $\text{SiO}_2$ .

В каждую колбу добавляют до 25 мл воды, 0,5 мл раствора азотной кислоты, 1 мл раствора молибденовокислого аммония и оставляют в покое в течение 10 мин. Затем добавляют 8 мл раствора азотной кислоты, тщательно перемешивают и доводят объем раствора водой до метки, измеряют величину оптической плотности стандартных растворов по отношению к контрольному

раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь синим светофильтром (длина волны 400—413 нм).

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс содержание  $\text{SiO}_2$  в мг, а по оси ординат соответствующие им величины оптической плотности.

### 3.12.3. Проведение анализа

1 г химического едкого натра в пересчете на 100%-ный NaOH взвешивают в платиновой чашке с точностью до 0,01 г, растворяют в 10 мл воды, прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола и осторожно нейтрализуют раствором азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

5 мл приготовленного раствора или 2 г ртутного едкого натра в пересчете на 100%-ный NaOH, взвешенного в платиновой чашке с точностью до 0,01 г и нейтрализованного как указано выше, переносят в мерную колбу, вместимостью 50 мл, доводят объем раствора водой до 25 мл, прибавляют 0,5 мл раствора азотной кислоты, 1 мл раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют стоять на 10 мин. Затем добавляют 8 мл раствора азотной кислоты, тщательно перемешивают, доводят объем раствора водой до 50 мл и измеряют величину оптической плотности, как указано выше.

По полученной величине оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком, находят содержание  $\text{SiO}_2$  в анализируемом растворе.

### 3.12.4. Обработка результатов

Содержание кремниевой кислоты ( $\text{SiO}_2$ ) в ртутном едком натре ( $X_7$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{a \cdot 100}{2 \cdot 1000}$$

Содержание кремниевой кислоты ( $\text{SiO}_2$ ) в химическом едком натре ( $X_8$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{1 \cdot 1000 \cdot 5}$$

где  $a$  — количество  $\text{SiO}_2$ , найденное по калибровочному графику, мг;

1 и 2 — количество едкого натра, взятое для анализа, г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,0006 абс. %.

## 3.13. Определение содержания сульфатов

### 3.13.1. Применяемые реактивы и растворы:

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 20%-ный раствор, профильтрованный через плотный беззольный фильтр;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, 10%-ный раствор;  
 крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор  
 свежеприготовленный и профильтрованный через плотный беззоль-  
 ный фильтр;

*n*-нитрофенол, 0,2%-ный раствор;

раствор, содежарщий SO<sub>4</sub>, готовят по ГОСТ 4212—76. Рабо-  
 чий раствор должен содержать 0,1 мг сульфат-иона в 1 мл;  
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

### 3.13.2. Проведение анализа

5 мл раствора *B* (по п. 3.6) отбирают пипеткой в мерную кол-  
 бу вместимостью 100 мл и разбавляют водой до метки.

5 мл раствора *B* для анализа ртутного едкого натра или 5 мл  
 приготовленного раствора для анализа едкого натра других мар-  
 рок отбирают пипеткой в стаканчик для нефелометрирования,  
 прибавляют 10 мл воды, 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола и  
 осторожно нейтрализуют раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Объем раствора доводят водой до 25 мл.

Одновременно готовят стандартные растворы следующим образом:

в стаканчик для нефелометрирования помещают раствор, с содержанием SO<sub>4</sub> соответственно 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 мг и доводят водой до 25 мл.

Затем в стаканчики с анализируемым и стандартными растворами прибавляют по 1 мл раствора соляной кислоты, 3 мл раствора крахмала и 3 мл раствора хлористого бария, тщательно перемешивают раствор после прибавления каждого реактива.

Через 30 мин сравнивают интенсивность опалесценции анализируемого раствора со стандартными.

### 3.13.3. Обработка результатов

Содержание сульфатов в пересчете на Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> в ртутном едком натре (*X*<sub>9</sub>) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{a \cdot 100}{1 \cdot 1000} \cdot 1,479.$$

Содержание сульфатов в пересчете на Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> в едком натре других марок (*X*<sub>10</sub>) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{V \cdot 1 \cdot 1000} \cdot 1,479,$$

где *a* — количество SO<sub>4</sub>, найденное в анализируемом растворе, мг;

1 — количество едкого натра, содержащееся в 5 мл раствора *B*, г;

1,479 — коэффициент пересчета SO<sub>4</sub> на Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>;

*V* — объем раствора, взятый для определения, мл.



Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,003 абс. %.

3.14. Определение содержания кальция и магния в пересчете на Са

3.14.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, х. ч., 25%-ный и раствор 1 : 1;

соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,02 н раствор; кислота соляная по ГОСТ 3118—67, х. ч.;

натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053—66, ч. д. а., 2%-ный раствор, свежеприготовленный;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, х. ч.;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—66;

хромоген черный ЕТ-00 (индикатор), готовят растиранием 1 г с 50 г хлористого натрия;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага конго красная;

буферный раствор с рН 11 готовят следующим образом: 80 г хлористого аммония растворяют в 250 мл воды, добавляют 570 мл 25%-ного раствора аммиака и доводят объем раствора водой до 1000 мл;

железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 2 г/л Fe, готовят следующим образом: 10 г хлорного железа ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) взвешивают с точностью до 0,01 г, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в 600 мл воды, добавляют 10 мл соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 10 1975 г.).

3.14.2. *Проведение анализа*

100 мл раствора В (по п. 3.6) помещают в стакан вместимостью 500 мл и нейтрализуют соляной кислотой по бумаге конго. Нагревают раствор до кипения и кипятят в течение 2 мин, вводят 0,5 мл раствора хлорного железа и нейтрализуют раствором аммиака 1 : 1, прибавляют 1 мл раствора сульфида натрия, снова кипятят в течение 3 мин, охлаждают в токе холодной воды до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через беззольный фильтр. Отбирают пипеткой 50 мл фильтрата в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 50 мл воды, 5 мл буферного раствора, сухого индикатора на кончике шпателя около 0,1 г и титруют раствором трилона Б до перехода виннокрасной окраски в синюю.

### 3.14.3. Обработка результатов

Содержание кальция и магния в пересчете на Са ( $X_{11}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{V \cdot 0,00040 \cdot 250 \cdot 100}{50 \cdot 20},$$

где  $V$  — количество точно 0,02 н раствора трилона Б, израсходованное на титрование, мл;  
 0,00040 — количество Са, соответствующее 1 мл точно 0,02 н раствора трилона Б, г;  
 20 — количество едкого натра, содержащееся в 100 мл раствора  $B$  (по п. 3.6), г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,0002 абс. %.

### 3.15. Определение содержания хлорноватокислого натрия

#### 3.15.1. Применяемые реактивы и растворы:

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, 0,01 н раствор;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74, х. ч., 10%-ный раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, х. ч., плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч., 10%-ный раствор;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

крахмал водорастворимый по ГОСТ 10163—62, 1%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

#### 3.15.2. Проведение анализа

25 мл раствора  $B$  (п. 3.6) для анализа ртутного едкого натра или 5 мл раствора  $B$  для анализа диафрагменного едкого натра отбирают в коническую колбу вместимостью 500 мл, прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют соляной кислотой. Далее приливают в колбу 10 мл раствора бромистого калия и 50 мл соляной кислоты. Колбу с пробой плотно закрывают пробкой и, после 5—10-минутного выдерживания в темном месте, добавляют 10 мл раствора йодистого калия, 100 мл воды и выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до слабожелтой окраски. Затем прибавляют в колбу 2—3 мл раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

Одновременно в тех же условиях с теми же количествами реактивов проводят контрольное титрование.

3.15.3. *Обработка результатов*

Содержание хлорноватокислого натрия ( $\text{NaClO}_3$ ) ( $X_{12}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0001774 \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем точно 0,01 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, мл;

$V_1$  — объем точно 0,01 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, мл;

0,0001774 — количество хлорноватокислого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,01 н раствора тиосульфата натрия, г;

$m$  — количество едкого натра, содержащееся в 25 мл или 5 мл раствора  $B$  (по п. 3.6), г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,002 абс. %.

3.16. *Определение содержания тяжелых металлов*3.16.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

кислота соляная по ГОСТ 3118—67;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч., ледяная;

вода сероводородная свежеприготовленная, готовят по ГОСТ 4517—75;

раствор, содержащий Рb, готовят по ГОСТ 4212—76, рабочий раствор (свежеприготовленный) должен содержать 0,01 мг свинца в 1 мл;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумажка лакмусовая.

3.16.2. *Проведение анализа*

5 мл раствора  $B$  (по п. 3.6) для анализа твердого ртутного едкого натра и 10 мл раствора  $B$  для анализа жидкого ртутного едкого натра отбирают пипеткой в колориметрический цилиндр вместимостью 100 мл, нейтрализуют соляной кислотой, прибавляют водный раствор аммиака до слабощелочной реакции по лакмусовой бумажке, добавляют 1 мл уксусной кислоты, доводят объем раствора водой до 50 мл, приливают 10 мл сероводородной воды и перемешивают.

Продукт считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски стандартного раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в том же объеме: для твердого ртутного едкого натра — 0,1 мг Рb,

для жидкого ртутного едкого натра — 0,06 мг Рb,  
1 мл уксусной кислоты и 10 мл сероводородной воды.

3.17. Определение содержания алюминия в пересчете на  $Al_2O_3$ .

3.17.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы:*

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, разбавленная 1 : 1;

аскорбиновая кислота по ГОСТ 4815—54\*, 0,2%-ный водный раствор свежеприготовленный;

вода «подкисленная», готовят добавлением к 1 л дистиллированной воды 0,6 мл раствора соляной кислоты;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч., ледяная, 0,2 н раствор;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, ч. ч., 0,2 н раствор;

ацетатный буферный раствор, рН 5,4, готовят следующим образом: смешивают 290 мл 0,2 н раствора уксусной кислоты с 1710 мл 0,2 н раствора уксуснокислого натрия;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, х. ч., раствор, содержащий 2,9 г хлористого натрия в 10 мл;

стильбазо, ч., 0,05%-ный водный раствор;

раствор, содержащий алюминий, готовят по ГОСТ 4212—76, рабочий раствор свежеприготовленный должен содержать 0,01 мг Al в 1 мл;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в стеклянном приборе;

бумага индикаторная универсальная;

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-Н-57 или другого типа.

3.17.2. *Построение калибровочного графика*

В мерные цилиндры вместимостью 100 мл вводят раствор, содержащий алюминия соответственно 0,03; 0,05; 0,07; 0,09 и 0,11 мг, одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий Al.

В каждый цилиндр добавляют по 10 мл раствора хлористого натрия, по 0,5 мл раствора аскорбиновой кислоты, доливают до 50 мл водой, приливают по 10 мл «подкисленной воды» и хорошо перемешивают. Затем добавляют по 20 мл раствора стильбазо так, чтобы реактив стекал по стенкам цилиндра, образуя отдельный слой и сразу же доводят объем раствора в цилиндре до 100 мл ацетатным буферным раствором. Перемешивают содержимое цилиндров и через 10 мин измеряют величину оптической плотности стандартных растворов по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм, пользуясь зеленым светофильтром № 4 (длина волны 508 нм).

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс содержание Al в мг, а на оси ординат — соответствующие им величины оптической плотности.

\* С 01.07.77 вводится в действие ГОСТ 4815—76.

3.17.3. *Проведение анализа*

5 мл раствора В (по п. 3.6) вносят в мерный цилиндр вместимостью 100 мл, туда же вводят 0,5 мл аскорбиновой кислоты и доводят объем раствора водой до 50 мл, приливают 10 мл «подкисленной воды» и хорошо перемешивают.

Затем по стенкам добавляют 20 мл раствора стильбазо и сразу же доводят объем раствора в цилиндре до 100 мл ацетатным буферным раствором. Перемешивают и через 10 мин измеряют величину оптической плотности, как указано выше.

По полученной величине оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком, находят содержание Al в анализируемом растворе.

3.17.4. *Обработка результатов*

Содержание алюминия в пересчете на  $Al_2O_3$  ( $X_{13}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{a \cdot 100 \cdot 1,89}{1 \cdot 1000},$$

где  $a$  — содержание алюминия, найденное по калибровочному графику, мг;

1 — количество едкого натра, содержащееся в 5 мл раствора В, г;

1,89 — коэффициент пересчета Al на  $Al_2O_3$ .

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,0003 абс. %.

3.18. *Определение содержания ртути*3.18.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы:*

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—68, 1 н раствор;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 1 н раствор;

ацетатный буферный раствор, готовят смешением 1 н раствора уксуснокислого натрия и 1 н раствора уксусной кислоты в соотношении 1 : 1;

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, х. ч.;

хлороформ;

окись ртути (желтая) по ГОСТ 5230—74;

кислота серная по ГОСТ 4204—66, 1%-ный раствор;

соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,1 н раствор; готовят следующим образом: 1,86 г трилона Б растворяют в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят водой до метки;

раствор, содержащий ртуть; готовят следующим образом: 0,1079 г окиси ртути растворяют в 2—3 мл азотной кислоты (при слабом нагревании) и доводят объем до 100 мл водой. 1 мл полу-

ченного раствора содержит 1 мг ртути. Рабочий раствор свежеприготовленный должен содержать 0,01 мг ртути в 1 мл;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

дитизон (дифенилдитиокарбазон) по ГОСТ 10165—62, ч. д. а.; готовят следующим образом: 0,1 г дитизона, взвешенных с точностью до 0,001 г, растворяют в хлороформе в мерной колбе вместимостью 100 мл. Полученный и хорошо перемешанный раствор сохраняют в склянке из темного стекла в холодном месте под слоем 1%-ной серной кислоты. Рабочий раствор готовят перед анализом разбавлением 2 мл этого раствора хлороформом в мерной колбе вместимостью 100 мл. Оптическая плотность рабочего раствора, измеренная на фотоколориметре, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм, при длине волны 610 нм (светофильтр № 7), должна быть равной примерно 1;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,2 н раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, х. ч.;

кислота щавелевая по ГОСТ 5.1173—71\*, 5%-ный водный раствор;

бумага индикаторная универсальная;

фотоэлектроколориметр ФЭК-Н-57 или другого типа.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 10 1975 г.).

### 3.18.2. Построение калибровочного графика

В делительные воронки вместимостью 100 мл отбирают по 50 мл дистиллированной воды, вводят соответственно 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030 мг ртути, по 2 мл раствора трилона Б, доводят рН до 4, приливают по 5 мл ацетатного буферного раствора, тщательно перемешивают и оставляют на 3 мин. Затем приливают по 10 мл рабочего раствора дитизона и встряхивают 3 мин. После отстояния хлороформный слой переносят в пробирки и измеряют оптическую плотность растворов (светофильтр № 7) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм, раствор сравнения — хлороформ, с теми же реактивами.

По полученным данным строят калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации ртути.

### 3.18.3. Проведение анализа

25 мл раствора В (по п. 3.6) переносят в стакан вместимостью 100 мл и нагревают до кипения, вводят 0,5 мл раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 3 мин. К кипящему раствору при перемешивании прибавляют по каплям раствор щавелевой кислоты до обесцвечивания и кипятят еще 1 мин. Полученный раствор охлаждают, вводят 2 мл раствора трилона Б, нейтрализуют аммиаком до рН 4, переносят в делительную воронку,

\* Действует до 01.07.77.

приливают 5 мл ацетатного буферного раствора, после чего хорошо перемешивают. Дальнейшее определение проводят как указано в п. 3.18.2. По полученной величине оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком, находят содержание ртути в анализируемой пробе.

#### 3.18.4. Обработка результатов

Содержание ртути в едком натре ( $X_{14}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{14} = \frac{a \cdot 100}{5 \cdot 1000},$$

где  $a$  — содержание ртути, найденное по калибровочному графику, мг;

5 — количество едкого натра, содержащееся в 25 мл раствора  $B$  (по п. 3.6), г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,00001 абс. %.

### 3.19. Определение содержания меди

#### 3.19.1. Применяемые реактивы и растворы:

кислота соляная по ГОСТ 3118—67; готовят следующим образом: пропускают хлористый водород через две последовательно соединенные склянки Тищенко, наполненные бидистиллированной водой. Пропускание хлористого водорода прекращают, когда плотность кислоты во второй склянке достигнет 1,1885 г/см<sup>3</sup>. Хлористый водород получают (без нагревания) из соляной кислоты постоянным приливанием в нее серной кислоты;

кислота серная по ГОСТ 4204—66;

диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864—71, перекристаллизованный, 0,1 %-ный свежеприготовленный раствор;

натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342—66, 5 %-ный раствор, очищенный диэтилдитиокарбаматом натрия;

соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 50 %-ный раствор, очищенный диэтилдитиокарбаматом натрия.

Растворы пирофосфорнокислого натрия и трилона Б очищают в делительной воронке встряхиванием 100 г раствора с 1 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 1 мл четыреххлористого углерода. Операцию встряхивания по 2—3 мин повторяют до тех пор, пока слой четыреххлористого углерода, отделенный от раствора, перестанет окрашиваться;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, ч. д. а.;

раствор, содержащий Си, готовят по ГОСТ 4212—76. Рабочий раствор свежеприготовленный должен содержать 0,001 мг Си в 1 мл;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная в стеклянном приборе на шлифах;

бумага индикаторная универсальная.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 10 1975 г.).

### 3.19.2. Приготовление контрольных растворов

В делительные воронки вместимостью 100 мл помещают растворы, содержащие медь, соответственно 0,006; 0,008; 0,010; 0,012 мг, доводят водой до 30 мл, подкисляют соляной кислотой до рН 4 по индикаторной бумажке, добавляют по 1 мл очищенного раствора пиррофосфорнокислого натрия и по 1 мл очищенного раствора трилона Б и тщательно перемешивают.

Затем в пробирках смешивают по 0,5 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия и по 0,5 мл четыреххлористого углерода. Приготовленные смеси добавляют к содержимому делительных воронок.

Содержимое делительных воронок взбалтывают в течение 2 мин, дают слоям разделиться и слой четыреххлористого углерода, служащий контрольной шкалой, сливают в пробирки (ГОСТ 10515—75), а водные слои выбрасывают.

### 3.19.3. Проведение анализа

10 мл раствора В (по п. 3.6) пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

10 мл полученного раствора помещают в стаканчик, нейтрализуют соляной кислотой до рН 4 по индикаторной бумажке, переносят в делительную воронку, туда же приливают 1 мл раствора пиррофосфорнокислого натрия, 1 мл раствора трилона Б и тщательно перемешивают, затем поступают так же, как с контрольным раствором.

Продукт считают соответствующим стандарту, если окраска слоя четыреххлористого углерода анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски четыреххлористого углерода, содержащего 0,012 мг Си.

## 3.20. Определение содержания калия

### 3.20.1. Применяемые реактивы и растворы:

кислота азотная по ГОСТ 4461—67, х. ч., плотностью 1,34 г/см<sup>3</sup>;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч., ледяная;

кобальт азотнокислый по ГОСТ 4528—68;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74;

натрия кобальтинитрит, 20%-ный, раствор; готовят следующим образом: 30 г азотнокислого кобальта растворяют в 60 мл воды, 50 г азотистокислого натрия растворяют в 100 мл воды. Оба раствора сливают в один стакан и к смеси прибавляют 10 мл



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

Срок годности раствора 15 суток.

Раствор, содержащий калий, готовят по ГОСТ 4212—76, 1 мл раствора должен содержать 1 мг калия;  
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

### 3.20.2. Приготовление контрольных растворов

В градуированные пробирки вместимостью 25 мл помещают соответственно: 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 1,0 мл раствора калия, доводят объем водой до 20 мл, прибавляют по 5 мл раствора кобальтинитрита натрия, перемешивают, протирая палочкой о стенки пробирки, и оставляют в покое на 24 ч в темном месте.

### 3.20.3. Проведение анализа

15 мл раствора В (по п. 3.6) помещают в стакан вместимостью 100 мл и нейтрализуют азотной кислотой до рН 7, нагревают и оставляют на кипящей бане на 15 мин.

После выпадения в осадок гидроокиси железа, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят раствор водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Отбирают пипеткой — 10 мл фильтрата в градуированную пробирку вместимостью 25 мл, прибавляют 10 мл воды, 5 мл раствора кобальтинитрита натрия, энергично перемешивают, протирая палочкой о стенки стакана, и оставляют на 24 ч в темном месте.

Выпавший осадок в пробах сравнивают с осадком в контрольном растворе.

При большом содержании калия количество раствора В, отбираемое для анализа, следует уменьшить.

### 3.20.4. Обработка результатов

Содержание калия ( $X_{15}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{15} = \frac{a \cdot 50 \cdot 100}{3 \cdot 10 \cdot 1000},$$

где  $a$  — количество калия, найденное в анализируемой пробе, мг;

3 — количество едкого натра, содержащееся в 15 мл раствора В, г.

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический твердый едкий натр упаковывают в барабаны из черной кровельной стали (ГОСТ 5044—71, тип I и III) емкостью 50—170 л.

4.2. Технический твердый едкий натр, выпускаемый в виде пластин-чешуек, упаковывают в мешки из полиэтиленовой пленки

толщиной не менее 0,1 мм, вложенные в барабаны из черной кровельной стали или картонные емкостью 25—100 л со съемными верхними днищами.

Для отправки на экспорт продукт должен быть упакован в стальные барабаны с толщиной стенок 0,6—0,8 мм.

Мешки заваривают или завязывают с перегибом горловины.

Барабаны герметично закрывают крышкой с резиновой или пластикатной прокладкой. Наружную поверхность барабанов окрашивают щелочеводостойким лаком.

По требованию потребителей едкий натр в виде пластинчатых упаковок в стеклянные с притертыми пробками или в полиэтиленовые с навинчивающимися крышками банки массой нетто 2—3 кг, вложенные в деревянные ящики по ГОСТ 18573—73 или в ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13841—68.

4.3. Технический едкий натр в виде раствора транспортируют в железнодорожных цистернах, стальных контейнерах для перевозки жидкостей в стальных или полиэтиленовых бочках. По требованию потребителя в зимнее время применяются цистерны с наружной обогревательной рубашкой. Для промышленности искусственного волокна и медицинской промышленности едкий натр в виде раствора поставляют в гуммированных цистернах или цистернах из нержавеющей стали.

4.4. Перед загрузкой едкого натра железнодорожные цистерны или другая тара должны быть чистыми без видимых следов ржавчины и других загрязнений. Тара для твердого едкого натра должна быть сухой.

4.5. На барабаны, бочки, ящики и контейнеры несмываемой щелочестойкой краской наносят следующие обозначения:

а) условное наименование или товарный знак предприятия-изготовителя;

б) наименование продукта, марку и номер партии;

в) массу брутто и нетто;

г) дату выпуска;

д) обозначение настоящего стандарта;

е) знаки предосторожности: «Опасно, едкое вещество!».

На тару с твердым продуктом разрешается наклеивать бумажные этикетки с указанными данными. На барабаны этикетки наклеивают в углубленные места крышки, а на банки — на боковую поверхность. Этикетка на барабанах должна быть покрыта прозрачным щелоче- и водостойким лаком.

Маркировка барабанов с продуктом, идущим на экспорт, должна соответствовать требованиям наряд-заказа.

4.6. Каждая поставляемая партия едкого натра должна сопровождаться документом, удостоверяющим его качество и соответствие его требованиям настоящего стандарта.

Документ должен содержать:

- а) условное наименование или товарный знак предприятия-изготовителя;
- б) наименование продукта и марки;
- в) номер партии;
- г) дату выпуска;
- д) массу брутто и нетто;
- е) показатели качества продукта или подтверждение о соответствии его требованиям настоящего стандарта;
- ж) обозначение настоящего стандарта.

4.7. Транспортирование едкого натра производится в соответствии с правилами перевозок, установленными на данном виде транспорта для раздела «Едкие вещества».

4.8. Технический едкий натр в виде раствора хранят в герметичных щелочестойких емкостях.

Технический твердый едкий натр хранят в транспортной таре в сухих складских неотапливаемых помещениях.

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие всего поставляемого технического едкого натра требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения, установленных настоящим стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения технического едкого натра — один год со дня изготовления продукта. По истечении гарантийного срока хранения продукт перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

(Введен дополнительно — «Информ. указатель стандартов» № 10 1975 г.).

---

Замена

ГОСТ 61—75	введен взамен	ГОСТ 61—60.
ГОСТ 1277—75	введен взамен	ГОСТ 1277—63.
ГОСТ 3160—51	— отменен.	
ГОСТ 3765—72	введен взамен	ГОСТ 3765—64.
ГОСТ 3773—72	введен взамен	ГОСТ 3773—60.
ГОСТ 4108—72	введен взамен	ГОСТ 4108—65.
ГОСТ 4147—74	введен взамен	ГОСТ 4147—65.
ГОСТ 4160—74	введен взамен	ГОСТ 4160—65.
ГОСТ 4197—74	введен взамен	ГОСТ 4197—66.
ГОСТ 4212—76	введен взамен	ГОСТ 4212—62.
ГОСТ 4218—48	— отменен.	
ГОСТ 4232—74	введен взамен	ГОСТ 4232—65.
ГОСТ 4517—75	введен взамен	ГОСТ 4517—65.
ГОСТ 5044—71	введен взамен	ГОСТ 5044—65.
ГОСТ 5230—74	введен взамен	ГОСТ 5230—50.
ГОСТ 5850—72	введен взамен	ГОСТ 5850—51.
ГОСТ 6709—72	введен взамен	ГОСТ 6709—53.
ГОСТ 10163—76	введен взамен	ГОСТ 10163—62.
ГОСТ 10515—75	введен взамен	ГОСТ 10515—63.
ГОСТ 10652—73	введен взамен	ГОСТ 10652—63.
ГОСТ 18573—73	введен взамен	ГОСТ 8872—63
в части ящиков для про-		
дукции группы К.		
ГОСТ 20288—74	введен взамен	ГОСТ 5827—68.
ГОСТ 20490—75	введен взамен	ГОСТ 4527—65.

Редактор *В. С. Цепкина*  
Технический редактор *О. Н. Никитина*  
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в наб. 16.02.76. Подп. в печ. 19.05.76. 1,75 п. л. Тир. 8000. Цена 9 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва. Д-557. Новопресненский пер., д. 3.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 1004