

СССР  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10690—63

**КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ  
(ПОТАШ)**

*Издание официальное*

МОСКВА  
1963

СССР  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10690—63

КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ  
(ПОТАШ)

*Издание официальное*

МОСКВА  
1963

<b>СССР</b>  Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	<b>ГОСУДАРСТВЕННЫЙ          СТАНДАРТ</b>	<b>ГОСТ</b> <b>10690—63</b>
	<b>КАЛИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ          ТЕХНИЧЕСКИЙ (ПОТАШ)</b> Potassium carbonate technical (potash)	
		Группа Л13

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

### 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Наименования показателей	Н о р м ы			
	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  $\text{SO}_4$ ) в количестве не более 0,3%.

3. В полугорючем 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, достигающего до  $\frac{3}{4}$  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  $500^\circ\text{C}$  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°C.

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

Клеол (раствор канифоли в смеси спирта и эфира).

Проявитель.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Приготовление эталонов*

Эталон 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°C 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  $\Delta S - \lg C_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$  (разность почернения — логарифм концентрации  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).

в) *Проведение испытания*

Около 10 г поташа, предварительно прокаленного при температуре 500°C, тщательно растирают в ступке, рассыпают 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 ( $\Delta S$ ) 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<sup>3</sup>.

Нейтральный красный или тропеолин 000 (4-оксинафталин-азопарабензолсульфонат 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°C 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°C.

Содержание солей натрия в пересчете на  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  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  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Примечание. Содержание углекислого калия ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) в процентах находят, вычитая из общей щелочности в пересчете на  $\text{K}_2\text{CO}_3$  содержание солей натрия, пересчитанное на  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .

## 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>) 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°C 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 серноокислых солей в пересчете на  $SO_4$

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Магний серноокислый 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 серноокислый, 0,05 н раствор; готовят следующим образом: 3,081 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 серноокислого 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  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

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°C 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 фотокolorиметре.

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

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

где:

$a$  — количество  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 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°C 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  $\text{Cr}_2\text{O}_3$

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<sup>3</sup>, 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  $\text{Cr}^{+6}$ ; готовят следующим образом: 0,0725 г двухромовокислого калия (трижды перекристаллизованного и высушенного при температуре 130°C) 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  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ .

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 исчезающей 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 двуххромовокислого 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 двуххромовокислого 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 метаванадиевоокислый по ГОСТ 9336—60, «х. ч.» или

Пятиокись ванадия.

Раствор, содержащий ванадий; готовят следующим образом:

0,0644 *г* метаванадиевоокислого 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 исчезающего в течение 5 мин розового окрашивания, после чего добавляют по каплям раствор щавелевой кислоты до обесцвечивания. Раствор нейтрализуют содой до рН 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.