Издание официальное

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Реактивы КАЛИ ЕДКОЕ	ГОСТ 4203—48 Взамен ОСТ 17374—40 Группа Л51

Едкое кали представляет собой белые куски или цилиндрические палочки с кристаллической структурой на изломе; гигроскопичен.

Формула: KOH.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1947 г.) — 56,10.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Содержание KOH в %%, не менее:
для препаратов «х. ч.» и «ч. д. а.» 82
» препарата «чистый» 80

2. Наибольшие количества допустимых примесей в %%:

Наименования примесей	„Химически чистый"	„Чистый для анализа"	„Чистый"
а) Поташ (K_2CO_3)	1	2	4
б) Хлориды (Cl)	0,005	0,01	0,025
в) Сульфаты (SO_4)	0,005	0,01	0,03
г) Кремнекислота (SiO_3) . .	0,01	0,02	0,1
д) Фосфаты (PO_4)	0,003	0,005	0,01
е) Азот (N)—общее количество (нитраты, нитриты, аммиак и пр.)	0,001	0,001	0,001
ж) Железо (Fe)	0,0005	0,001	0,002
з) Тяжелые металлы сероводородной группы (Ag)	0,003	0,003	0,003
и) Вещества, осаждаемые аммиаком (Al_2O_3; Fe_2O_3)	0,01	0,02	0,1
к) Кальций (Ca)	0,006	0,012	0,03

II. ОТБОР ПРОБ

3. Отбор проб производят по ГОСТ 3885—59.

Общий вес отобранной пробы должен быть не менее 0,5 *кг*.

Внесен Министерством химической промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 8/VI 1948 г.	Срок введения 1/VI 1949 г.

Переиздание. Ноябрь 1959 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 25 коп.

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

4. Для проведения определений предварительно готовят раствор едкого кали, для чего 100 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной, без доступа углекислоты, дистиллированной воде, доводя объем раствора до 500 *мл*.

Количество раствора, необходимое при проведении определения, отмеривают с точностью до 0,05 *мл*.

5. Определение содержания КОН

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Барий хлористый по ГОСТ 4108—48, 10%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 1 н раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовый раствор.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты (CO_2), готовят по ГОСТ 4517—48.

б) *Описание определения*

5 *мл* раствора (см. п. 4) разбавляют водой до объема 100 *мл*. К разбавленному раствору прибавляют 5 *мл* раствора хлористого бария, оставляют в покое на 15 мин. и титруют раствором соляной кислоты, применяя в качестве индикатора фенолфталеин.

Содержание КОН в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = V \cdot 0{,}0561 \cdot 100 = 5{,}61\ V,$$

где:

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

0,0561 — количество КОН, соответствующее 1 *мл* точно 1 н раствора соляной кислоты, в *г*.

6. Определение содержания поташа (K_2CO_3)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 1 н раствор.

Метиловый оранжевый, 0,1%-ный раствор.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты (CO_2), готовят по ГОСТ 4517—48.

б) *Описание определения*

5 *мл* раствора (см. п. 4) разбавляют водой до объема 100 *мл* и титруют раствором соляной кислоты, применяя в качестве индикатора метиловый оранжевый.

Содержание K_2CO_3 в процентах (X_2) вычисляют по формуле:

$$X_2 = (V_2 - V_1) \cdot 0{,}0691 \cdot 100 = 6{,}91 (V_2 - V_1),$$

где:

V_1 — объем точно 1 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование при определении КОН (см. п. 5), в *мл*;

V_2 — объем точно 1 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование при определении K_2CO_3, в *мл*;

0,0691 — количество K_2CO_3, соответствующее 1 *мл* точно 1 н раствора соляной кислоты, в *г*.

7. Определение содержания хлоридов (Cl)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, уд. в. 1,15.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41, 0,1 н раствор.
Раствор, содержащий Cl', готовят по ГОСТ 4212—48.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

1 *мл* раствора (см. п. 4) помещают в коническую колбу емкостью 50 *мл*, прибавляют 25 *мл* воды, нейтрализуют (в присутствии лакмусовой бумажки) азотной кислотой, добавляют избыток ее в количестве 2 *мл*, а затем — 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившаяся опалесценция испытуемого раствора через 10 мин. будет не интенсивнее опалесценции раствора, содержащего в том же объеме 2 *мл* азотной кислоты, 1 *мл* раствора азотнокислого серебра и:

для препарата	«х. ч.»	0,01 *мг* Cl
» »	«ч. д. а.»	0,02 » Cl
» »	«чистый»	0,05 » Cl

Примечание. Раствор азотнокислого серебра вносят в сравниваемые растворы одновременно.

8. Определение содержания сульфатов (SO_4)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, уд. в. 1,12.
Барий хлористый по ГОСТ 4108—48, 10%-ный раствор.
Раствор, содержащий SO_4'', готовят по ГОСТ 4212—48.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Хлористый калий, не содержащий сульфатов, готовят следующим образом:

20 *г* препарата растворяют в 160 *мл* воды, прибавляют 20 *мл* соляной кислоты и 10 *мл* раствора хлористого бария, перемешивают и оставляют в покое на 18—20 час. Раствор фильтруют и для приготовления каждого эталонного раствора берут 43 *мл* фильтрата.

б) *Описание определения*

20 *мл* раствора (см. п. 4) нейтрализуют (в присутствии лакмусовой бумажки) соляной кислотой, добавляют избыток ее в количестве 0,5 *мл*, доводят объем раствора водой до 50 *мл*, фильтруют и к фильтрату прибавляют 2,5 *мл* раствора хлористого бария.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившаяся в испытуемом растворе муть через 2 часа будет не более мути, появившейся в растворе, содержащем в том же объеме 43 *мл* раствора хлористого калия, не содержащего сульфатов, и:

для препарата «х. ч.»	0,2 *мг*	SO_4
» » «ч. д. а.»	0,4 »	SO_4
» » «чистый»	1,2 »	SO_4

Примечание. Если имеется хлористый калий, не содержащий сульфатов, то для приготовления эталонного раствора берут 5 *г* этого препарата, 0,5 *мл* соляной кислоты, 2,5 *мл* раствора хлористого бария и соответствующие количества воды и раствора, содержащего SO_4''.

9. Определение содержания кремнекислоты (SiO_3) и фосфатов (PO_4)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, 5 н раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—53, 10%-ный раствор.

α (2,4) динитрофенол или β (2,6) динитрофенол, насыщенный водный раствор.

Смесь бутилового спирта (1 объем) с хлороформом по ГОСТ 3160—51 (2 объема).

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51 ледяная.

Раствор, содержащий SiO''_3, готовят по ГОСТ 4212—48.

Раствор, содержащий PO'''_4, готовят по ГОСТ 4212—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

2 *г* препарата взвешивают в платиновой чашке с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 20 *мл* воды. К раствору прибавляют

2—3 капли насыщенного водного раствора α (2,4) или β (2,6) динитрофенола и нейтрализуют раствором азотной кислоты до обесцвечивания. Объем раствора доводят водой до 50 *мл* и переносят его в делительную воронку емкостью 100 или 250 *мл*. В воронку прибавляют 0,5 *мл* раствора азотной кислоты и 3 *мл раствора молибденовокислого аммония*, перемешивают, оставляют в покое на 5 мин. и добавляют еще 5 *мл* раствора азотной кислоты.

К раствору в воронке прибавляют 15 *мл* смеси бутилового спирта с хлороформом и перемешивают жидкость, переворачивая воронку (не встряхивая) до тех пор (15—20 раз), пока после отстаивания нижний слой не будет прозрачным. Прозрачный нижний слой сливают в коническую колбу емкостью 100 *мл*. В делительную воронку еще дважды прибавляют по 10 *мл* смеси бутилового спирта с хлороформом и, после перемешивания и отстаивания, прозрачный нижний слой сливают в ту же колбу. Раствор, оставшийся в воронке, сливают в другую коническую колбу емкостью 200—250 *мл*.

Препарат считают соответствующим стандарту, если окрашивание раствора в колбах будет не интенсивнее окрашивания растворов, приготовленных следующим образом. В делительной воронке к 50 *мл* воды, содержащим:

для препарата	«х. ч.» . .	0,2 *мг* SiO_3 и	0,06 *мг* PO_4
»	» «ч. д. а.» . .	0,4 » SiO_3 »	0,1 » PO_4
»	» «чистый» . .	2,0 » SiO_3 »	0,2 » PO_4

прибавляют 0,5 *мл* азотной кислоты, 3 *мл* раствора молибденовокислого аммония, перемешивают, дают постоять 5 мин., прибавляют 5 *мл* азотной кислоты и далее производят разделение точно так же, как для испытуемого раствора.

10. Определение содержания общего азота (N)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Сплав Деварда или алюминиевая проволока (фольга).

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, уд. в. 1,84, разбавленная 1 : 3.

Реактив Несслера, готовят по ГОСТ 4517—48.

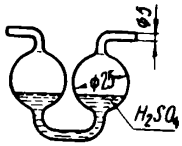
Раствор, содержащий N, готовят по ГОСТ 4212—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

10 *мл* раствора (см. п. 4) помещают в коническую колбу емкостью 150 *мл*, прибавляют 50 *мл* воды, 0,5 *г* сплава Деварда (алюминиевой проволоки или фольги), закрывают колбу пробкой со вставленным в нее гуськом, содержащим серную

кислоту (см. чертеж), содержимое колбы периодически взбалтывают. Через 3 часа из колбы отгоняют 40 *мл* жидкости в цилиндр емкостью 50 *мл* (с притертой пробкой), в который налито 10 *мл* воды, прибавляют в цилиндр 1 *мл* реактива Несслера и тщательно взбалтывают.



Препарат считают соответствующим стандарту, если появившееся окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания раствора, содержащего в том же объеме 1 *мл* реактива Несслера и 0,2 *мг* N.

11. Определение содержания железа (Fe)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, уд. в. 1,12.

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

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

Раствор, содержащий $Fe^{\cdots}$, готовят по ГОСТ 4212—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

5 *мл* раствора (см. п. 4) помещают в коническую колбу емкостью 50 *мл*, нейтрализуют соляной кислотой (в присутствии лакмусовой бумажки) и добавляют избыток ее 2—3 капли. Объем раствора доводят водой до 15 *мл*, прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившееся окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания раствора, приготовленного следующим образом.

К 15 *мл* воды, содержащим:

для препарата	«х. ч.»	0,005 *мг* Fe
»	» «ч. д. а.»	0,01 » Fe
»	» «чистый»	0,02 » Fe,

прибавляют 2 *мл* раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют 5 *мл* раствора аммиака и снова перемешивают.

12. Определение содержания тяжелых металлов сероводородной группы (Ag)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, уд. в. 1,15.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, ледяная.
Вода сероводородная, готовят по ГОСТ 4517—48.
Раствор, содержащий $Ag^{\cdot}$, готовят по ГОСТ 4212—48.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

25 *мл* раствора (см. п. 4) нейтрализуют азотной кислотой до слабощелочной реакции (в присутствии лакмусовой бумажки). К полученному раствору прибавляют 1 *мл* уксусной кислоты, доводят объем водой до 50 *мл* и приливают 10 *мл* сероводородной воды.

Препарат считают соответствующим стандарту, если появившееся окрашивание испытуемого раствора через 5 мин. будет не интенсивнее окрашивания раствора, содержащего в том же объеме те же количества уксусной кислоты, сероводородной воды и 0,15 *мг* Ag.

13. Определение содержания веществ, осаждаемых аммиаком (Al_2O_3; Fe_2O_3).

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, уд. в. 1,12.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 10%-ный раствор.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—41.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

25 *мл* раствора (см. п. 4) нейтрализуют соляной кислотой (в присутствии лакмусовой бумажки). Прибавляют к нейтральному раствору 2 *мл* раствора аммиака, нагревают до кипения и выдерживают 30 мин. на кипящей водяной бане. Выделившийся осадок отфильтровывают и фильтрат (без промывных вод) сохраняют для определения содержания кальция (см. п. 14). Остаток на фильтре промывают горячей водой до исчезновения реакции на Cl', сушат и прокаливают до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес прокаленного остатка будет не более:

для препарата	«х. ч.»	0,5 *мг*
» »	«ч. д. а.»	1 »
» »	«чистый»	5 »

14. Определение содержания кальция (Ca)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

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

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—51, насыщенный раствор (при нагревании).

Раствор, содержащий Ca^{++}, готовят по ГОСТ 4212—48.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Калий хлористый, не содержащий кальций, готовят следующим образом.

26 *г* препарата растворяют в 160 *мл* воды, прибавляют 8 *мл* раствора аммиака, 8 *мл* раствора щавелевокислого аммония, перемешивают, нагревают до кипения и оставляют в покое на 18 час. Раствор фильтруют и для приготовления эталонного раствора берут 44 *мл* полученного фильтрата.

б) *Описание определения*

К фильтрату, полученному при определении веществ, осаждаемых аммиаком (см. п. 13), прибавляют 2 *мл* раствора аммиака, 2 *мл* раствора щавелевокислого аммония, доводят водой объем раствора до 50 *мл*, перемешивают и нагревают до кипения.

Препарат считают соответствующим стандарту, если выделившийся в испытуемом растворе осадок через 18—20 час. будет не более осадка, выделившегося в растворе, содержащем в том же объеме 44 *мл* раствора хлористого калия, не содержащего кальций, и

для препарата «х. ч.»	0,3 *мг*	Ca
» » «ч. д. а.»	0,6 »	Ca
» » «чистый»	1,5 »	Ca

Примечание. Если имеется хлористый калий, не содержащий кальция, то берут 6,5 *г* этого препарата, 2 *мл* раствора аммиака, 2 *мл* раствора щавелевокислого аммония, соответствующие количества воды и раствора, содержащего Ca^{++}.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

15. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—59.

Замена

ГОСТ 3885—59 введен взамен ГОСТ 3885—47.
ГОСТ 5850—51 введен взамен ОСТ НКТП 2857.
ГОСТ 3765—53 введен взамен ГОСТ 3765—47.
ГОСТ 3160—51 введен взамен ГОСТ 3160—46.
ГОСТ 61—51 введен взамен ГОСТ 61—40.
ГОСТ 4478—51 введен взамен ГОСТ 4478—48.
ГОСТ 5712—51 введен взамен ОСТ 2758.

Стандартгиз. Подп. к печ. 14/XII 1959 г. 0,5 п. л. Тир. 1000

Тип. «Московский печатник». Москва. Лялин пер., 6. Зак. 1088