

ГОСТ 4145—74

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ



РЕАКТИВЫ

КАЛИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

Реактивы
КАЛИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ

ГОСТ
4145—74

Технические условия

Reagents.
Potassium sulphate. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 2113 0990 02

Дата введения **01.07.76**

Настоящий стандарт распространяется на сернокислый калий, представляющий собой бесцветные прозрачные кристаллы, растворимые в воде.

Формула K_2SO_4 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 174,24.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям сернокислый калий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2113 0993 10	чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2113 0992 00	чистый (ч.) ОКП 26 2113 0991 01
1. Массовая доля сернокислого калия (K_2SO_4), %, не менее	99	98	97
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010	0,020
3. Массовая доля аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,001	0,002	0,004
4. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,001	0,002	0,004
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
6. Массовая доля железа (F), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1974

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Наименование показателя	Норма		
	химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2113 0993 10	чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2113 0992 00	чистый (ч.) ОКП 26 2113 0991 01
7. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00005	0,00010	0,00040
8. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,05	0,15	0,15
9. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,010	0,020
10. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
11. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	5,5—8,0	5,5—8,0	5,5—8,0

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю мышьяка изготовитель определяет по требованию потребителя.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 150 г.

3.2. Определение массовой доли сернокислого калия гравиметрическим методом

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Алюминий хлористый 6-водный по ГОСТ 3759, раствор с массовой долей 0,1 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., растворы с массовой долей 1 и 10 %.

Натрий тетрафенилборат; раствор готовят следующим образом: 3,50 г тетрафенилбората натрия растворяют в 100 см³ воды, приливают 1 см³ раствора хлористого алюминия (для коагулирования нерастворимого осадка) и фильтруют через сухой бумажный фильтр. Первые порции фильтрата переливают обратно к фильтруемому раствору и продолжают фильтровать через тот же фильтр.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: к 100 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 1 % прибавляют 3—4 см³ раствора тетрафенилбората натрия. Раствор должен быть свежеприготовленным.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336 типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по нормативно-технической документации.

Стакан В(Н)-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Термометр со шкалой от 0 °С до 100 °С.

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,5000 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

5 см³ полученного раствора помещают в стакан, прибавляют 25 см³ воды, 3 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 10 %, нагревают до 40 °С, прибавляют по каплям при перемешивании 8 см³ раствора тетрафенилбората натрия и оставляют на 5 мин. Затем раствор охлаждают до 16 °С — 18 °С и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы при 110 °С — 120 °С и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают небольшими порциями промывной жидкости, отсасывая влагу от осадка досуха. Затем остаток промывают трижды холодной водой порциями по 5 см³. Общий объем промывных вод должен быть около 50 см³. Остаток сушат при 110 °С — 120 °С в сушильном шкафу до постоянной массы.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю сернокислого калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,2431 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 5},$$

где m — навеска препарата, г;

m_1 — масса осадка тетрафенилбората калия, г;

0,2431 — коэффициент пересчета тетрафенилбората калия на сернокислый калий.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.1—3.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2а. Определение массовой доли сернокислого калия методом кислотно-основного титрования

3.2а.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Колонка стеклянная с шлифованными кранами с внутренним диаметром 18—20 мм и высотой 175—180 мм, в верхней части которой имеется расширение, в нижнюю часть впаяна стеклянная пластинка с мелкими отверстиями или пористая пластинка по ГОСТ 25336; можно применять стеклянную вату.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Катионит марок КУ-1 или КУ-2—8 по ГОСТ 20298.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:2.

Метиловый красный, раствор с массовой долей 0,1 % в этиловом спирте с массовой долей 60 %.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей около 1,7 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта, раствор с массовой долей 60 %.

Бюретка 1(2)—2—25—0,1 по нормативно-технической документации.

Колба Кн-2—500—34ХС по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1(2)—100 по ГОСТ 25336.

Термометр со шкалой до 100 °С.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

3.2а.2. Подготовка к анализу

Катионит отсеивают от пыли и крупных частиц. Применяют фракции размером от 0,3 до 1,5 мм.

Для удаления загрязнений и минеральных примесей и перевода катионита в Н-форму катионит помещают в стакан и несколько раз обрабатывают раствором соляной кислоты, нагретым до 50 °С — 60 °С, до отрицательной реакции на ион железа (проба с раствором роданистого калия). Затем полностью отмывают водой от хлоридов (проба с раствором азотнокислого серебра). После этого катионит загружают в колонку до высоты столба 100 мм. Непосредственно перед пропусканием