



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

**КАЛЬЦИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ
4-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4142—77

Издание официальное

ВЗ 5—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КАЛЬЦИЙ АЗОТНОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

ГОСТ
4142—77

Технические условия

Reagents. Calcium nitrate tetrahydrate. Specifications

ОКП 26 2122 0030 07

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на 4-водный азотнокислый кальций, который представляет собой бесцветные кристаллы; растворим в воде; расплывается на воздухе.

Формула $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 236,15.

Все требования настоящего стандарта являются обязательными.
(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 4-водный азотнокислый кальций должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 4-водный азотнокислый кальций должен соответствовать нормам, указанным в табл. I.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1996
Переиздание с изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2122 0033 04	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2122 0032 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2122 0031 06
1. Массовая доля 4-водного азотнокислого кальция ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, % не менее	99,0	98,5	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,002	0,005	0,010
3. Массовая доля кислот в пересчете на азотную кислоту (HNO_3), %, не более	0,01	0,02	0,05
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,010	0,030
5. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,001	0,001	Не нормируется
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,002	0,005
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0001	0,0002	0,0005
8. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,01	0,02	0,05
9. Массовая доля суммы калия и натрия ($\text{K}+\text{Na}$), %, не более	0,02	0,05	0,10
10. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005	0,0010

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 4-водный азотнокислый кальций действует на кожные покровы раздражающе и прижигающе, вызывает медленно заживающие изъязвления.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки, защитные очки, респираторы), а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией; анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2а.1—2а.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

2а.4. 4-водный азотнокислый кальций — окислитель, в смеси с горючими материалами и органическими соединениями легко воспламеняется и сильно горит.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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

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.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 320 г.

3.2. Определение массовой доли 4-водного азотнокислого кальция

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 2,5000 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 75 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398—76.

Масса 4-водного азотнокислого кальция, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно $c(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,05$ моль/дм³, — 0,01181 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхож-

дения между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,3 %.

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2.1. (Исключен, Изм. № 3).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-1 — 250ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Чашка ЧВК по ГОСТ 25336—82.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 100 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом или чашкой и выдерживают в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 150 см³ воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата «химически чистый» ± 35 %, для препарата «чистый для анализа» ± 25 % и для препарата «чистый» ± 10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. Определение массовой доли кислот в пересчете на азотную кислоту

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77; раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1—83 соответствующим разбавлением раствора большой концентрации.

Индикатор смешанный (метиловый красный и метиленовый голубой); готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Бюретка вместимостью 2 см³ с ценой деления 0,01 см³ или вместимостью 3 см³.

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

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

3.4.2. Проведение анализа

11,00 г препарата помещают в колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 2 капли раствора смешанного индикатора и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до перехода фиолетовой окраски раствора в зеленую.

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на азотную кислоту (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,003150 \cdot 100}{m}$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на титрование, см³;

0,003150 — масса азотной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,001$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 0,30 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80), растворяют в 5 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 1 см³ раствора технического формалина (ГОСТ 1625—89) и выпаривают досуха на песчаной бане при температуре не выше 200 °С. Остаток смачивают 0,5 см³ раствора формалина и 7 см³ воды и снова выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в смеси, состоящей из 25 см³ воды и 1 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуальнометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,015 мг,
- для препарата «чистый для анализа» — 0,03 мг,
- для препарата «чистый» — 0,09 мг.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массу сульфатов в применяемых количествах формалина и соляной кислоты (для разложения навески препарата), определяемую контрольным опытом.

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

3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, растворяют в 15 см³ воды и далее определение проводят фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,02 мг,
- для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке содержания фосфатов анализ проводят фотометрически.

3.4.1—3.6. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 50 или 40 см³) и растворяют в 37 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом (способ 2).

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

- для препарата «химически чистый» — 0,020 мг,
- для препарата «чистый для анализа» — 0,020 мг,
- для препарата «чистый» — 0,050 мг.

При разногласиях в оценке массы хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.8. Определение массовой доли магния проводят по ГОСТ 22001—87. При этом анализируемый раствор готовят следующим образом: 0,50 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в воде, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Для приготовления растворов сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают раствор массовой концентрации 1 мг/см³ Mg (готовят по ГОСТ 4212—76) в объемах, указанных в табл. 2. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см ³	Масса Mg в 100 см ³ раствора сравнения, мг	Массовая доля Mg в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	1	0,01	0,01
2	3	0,03	0,03
3	5	0,05	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.8.1—3.8.4. (Исключены, Изм. № 3).

3.9. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты и нагревают до кипения. Раствор охлаждают и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата «химически чистый» — 0,005 мг,

для препарата «чистый для анализа» — 0,010 мг,

для препарата «чистый» — 0,025 мг.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ проводят фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.10. Определение массовой доли калия и натрия

Определение проводят пламенно-фотометрическим методом по ГОСТ 26726—85.

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 5,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 100 см³ с притертой или резиновой пробкой, растворяют в 25 см³ воды и далее определение проводят сероводородным методом, прибавляя 0,5 см³ уксусной кислоты (вместо 1 см³) и 6 см³ раствора уксуснокислого аммония (вместо 1 см³). Заканчивают определение в объеме 41,5 см³.

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

- для препарата «химически чистый» — 0,010 мг Pb,
- для препарата «чистый для анализа» — 0,025 мг Pb,
- для препарата «чистый» — 0,050 мг Pb,
- 0,5 см³ уксусной кислоты, 6 см³ раствора уксуснокислого аммония и 10 см³ сероводородной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—4, 2—9 или II-1, II-6, упакованные в картонные навивные барабаны.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 5, подкласс 5.1, черт. 5, классификационный шифр 5113), серийный номер ООН 1454.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 4-водного азотнокислого кальция требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Раздел 6. (Исключен, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, В.Г. Брудзь, И.Л. Ротенберг, В.Н. Смородинская,
К.П. Лесина, Л.В. Кидиярова, И.В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 04.05.77 № 1139

3. Срок проверки — 1996 г. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 4142—66

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1625—89	3.5
ГОСТ 1770—74	3.3.1; 3.4.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4212—76	3.8
ГОСТ 4328—77	3.4.1
ГОСТ 4517—87	3.4.1
ГОСТ 4919.1—77	3.4.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1
ГОСТ 9147—80	3.5
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10555—75	3.9
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.6—74	3.6
ГОСТ 10671.7—74	3.7
ГОСТ 17319—76	3.11
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 22001—87	3.8
ГОСТ 25336—82	3.3.1; 3.4.1
ГОСТ 25794.1—83	3.4.1
ГОСТ 26726—85	3.10
ГОСТ 27025—86	3.1a

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 27.11.91 № 1809

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1995 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1982 г., феврале 1987 г., ноябре 1991 г. (ИУС 11—82, 5—87, 3—92)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 09.11.95. Подписано в печать 29.02.96. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-
отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 345 экз. С3243. Зак. 91.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14
ЛР № 021007 от 10.08.95.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.