

СССР Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 10689—63
	СОДА КАЛЬЦИНИРОВАННАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ (ИЗ НЕФЕЛИНОВОГО СЫРЬЯ) Soda salt of technical grade (of nepheline raw stock)	Группа Л13

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. Кальцинированная сода по физико-химическим показателям должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы по маркам	
	А	Б
1. Содержание общей щелочности в пересчете на углекислый натрий (Na_2CO_3) в %, не менее	93,5	91,0
2. Содержание калия в пересчете на K_2O в % в том числе сернокислого калия (K_2SO_4) в пересчете на K_2O в %, не более	В пределах 5—6,2 2,4	Не более 8,6 3,8

Примечания:

1. Содержание общей щелочности и солей калия в кальцинированной соде дано в пересчете на сухое вещество.

2. Предприятие-поставщик должно гарантировать содержание окиси железа (Fe_2O_3) в количестве не более 0,02% и содержание нерастворимого в воде остатка не более 0,2% без проведения определения.

3. По договоренности между поставщиком и потребителем разрешается поставка кальцинированной соды марки А с повышенным содержанием K_2O при сохранении требуемых пределов колебаний в содержании K_2O между партиями (+0,6% K_2O).

4. Для стекольной промышленности кальцинированная сода поставляется только марки А.

2. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика.

Поставщик должен гарантировать соответствие всей выпускаемой кальцинированной соды требованиям настоящего стандарта.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Цена 2 коп.

Перепечатка воспрещена

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.

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИИ

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 кальцинированной соды отбирают пробу от 100% мешков при помощи шупа, достигающего до $\frac{3}{4}$ глубины мешка, в количестве не менее 0,2 кг от каждого мешка.

5. При отгрузке кальцинированной соды в вагонах-цистернах с люками (в специальных вагонах) пробу отбирают из каждого люка цистерны или вагона при помощи шупа, погружаемого на глубину не менее 0,5 м.

При отгрузке кальцинированной соды в контейнерах пробу также отбирают шупом, погружаемым на $\frac{3}{4}$ его глубины.

Пробу отбирают в количестве не менее 1 кг.

6. Отобранные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и методом квартования доводят вес средней пробы до 0,5 кг.

Пробу помещают в чистую сухую склянку или банку, которую закупоривают резиновой пробкой.

На банку наклеивают этикетку с обозначениями: наименования предприятия-поставщика, наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

7. Определение содержания общей щелочности в пересчете на углекислый натрий

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,5 н раствор.

Метиловый оранжевый, 0,1% -ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Проведение испытания*

Около 1 г соды, взвешенной с точностью до 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, растворяют в 100 мл воды, прибавляют 3 капли раствора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до появления розово-оранжевой окраски.

Содержание общей щелочности в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0,0265 \cdot 100}{G},$$

где:

- V — объем точно 0,5 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, в мл;
 0,0265 — количество углекислого натрия, соответствующее 1 мл точно 0,5 н раствора соляной кислоты, в г;
 G — навеска соды в г.

8. Определение содержания сернокислого калия в пересчете на K_2O .

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Магний сернокислый 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 азотная по ГОСТ 4461—48.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, разбавленная 1:7.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—48, «х. ч.».

Магний хлористый по ГОСТ 4209—48, «х. ч.».

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—51.

Кислотный хром темно-синий по ГОСТ 7768—55.

Метилловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Трилон Б, 0,05 н раствор по ГОСТ 10652—63.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Приготовление вспомогательных растворов*

Магний сернокислый, 0,05 н раствор: 3,0811 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 сернокислого магния устанавливают весовым методом.

Аммиачный буферный раствор: 67 г хлористого аммония растворяют в 350 мл воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, приливают 570 мл аммиака, 25 мл раствора сернистого натрия, доливают водой до метки и хорошо перемешивают.

Раствор хлористого бария, содержащий магний: 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 раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 л.

Кислотный хром темно-синий: 0,5 г хром темно-синего растворяют в 10 мл аммиачного буферного раствора (20 г

хлористого аммония и 100 мл аммиака в 1 л воды) и добавляют этиловый спирт до общего объема 100 мл.

0,05 н раствор трилона Б: 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; для этого 10 мл 0,05 н раствора сернокислого магния, разбавленного до 200 мл водой, 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*

Раствор в конической колбе (по п. 7б) после определения общей щелочности подкисляют 2—3 каплями азотной кислоты, нагревают и кипятят в течение 3—5 мин. В кипящий раствор из бюретки приливают 10 мл раствора хлористого бария и снова доводят до кипения. По истечении 15 мин раствор нейтрализуют по метиловому красному, прибавляют 100 мл воды, 5 мл аммиачного буферного раствора и 8—10 капель индикатора кислотного хром темно-синего, а затем при интенсивном перемешивании титруют раствором трилона Б до синей или сине-зеленой окраски.

Содержание сернокислого калия в пересчете на K_2O в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V \cdot K - V_{II}) \cdot 0,002355 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора хлористого бария, взятый для осаждения сульфатов, в мл;

K — коэффициент пересчета объема раствора хлористого бария в точно 0,05 н раствор трилона Б в мл, который находят по соотношению между объемом раствора $BaCl_2$ и точно 0,05 н раствором трилона Б;

V_{II} — объем точно 0,05 н раствора трилона Б, пошедший на титрование избытка бария после осаждения сульфатов, в мл;

0,002355 — количество окиси калия, соответствующее 1 мл точно 0,05 н раствора трилона Б, в мл;

G — навеска испытуемого продукта в г.

9. Определение содержания калия в пересчете на K_2O . Метод основан на определении радиоактивности изотопа K^{40} (содержание изотопа K^{40} во всех

природных и синтетических соединениях калия постоянно — 0,0119%).

а) *Применяемая аппаратура и реактивы*

Установка радиометрическая типа Б.

Счетчик типа СТС-6 или СТС-5.

Экран свинцовый защитный для счетчика.

Ячейка рабочая из плексигласа с вмонтированным в нее счетчиком.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—48, «х. ч.».

Калий хлористый по ГОСТ 4234—48, «х. ч.»; эталонную смесь хлористого натрия и хлористого калия готовят с содержанием калия в смеси от 4 до 10%.

Приготовленные смеси хранят в закрытых пробирках.

б) *Проведение испытания*

Пересчетный прибор с присоединенным к нему счетчиком включают в сеть. Предварительно счетчик должен быть вмонтирован в рабочую ячейку. Определяют фон пустой ячейки в течение 10—15 мин, выражая его в импульсах в минуту, затем в ячейку через воронку записывают растертую испытуемую пробу соды и легким постукиванием распределяют вокруг счетчика. Включают пересчетный прибор, производят счет импульсов в течение 10—15 мин и определяют число импульсов в минуту для испытуемой пробы.

Содержание калия в процентах находят по количеству импульсов за вычетом фона по градуировочной кривой. Градуировочную кривую строят по эталонным смесям хлористого натрия и хлористого калия. Предварительно определяют фон для пустой кюветы, а затем значение импульсов в минуту для каждой эталонной смеси хлористого натрия и хлористого калия.

Необходимо производить при каждом определении два замера и вычислять среднее значение импульсов.

III. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

10. Кальцинированную соду упаковывают в 4-, 5- и 6-слойные бумажные мешки (ГОСТ 2227—51) или в вагоны-цистерны с люками (в специальные вагоны) или в контейнеры.

11. Кальцинированную соду перевозят:

упакованную в бумажные мешки в крытых железнодорожных вагонах;

упакованную в контейнеры на открытых железнодорожных платформах;

без упаковки в специализированных вагонах и железнодорожных цистернах.

12. Каждая поставляемая партия кальцинированной соды 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) марку;
- г) номер партии;
- д) вес брутто и нетто;
- е) дату изготовления;
- ж) результаты проведенных испытаний или подтверждение соответствия качества продукции требованиям настоящего стандарта;
- з) номер настоящего стандарта.