



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
КАЛЬЦИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ГОСТ 4530—76

Издание официальное

Реактивы

КАЛЬЦИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

Технические условия

ГОСТ

4530—76

Reagents. Calcium carbonate. Specifications

ОКП 26 2122 0420 08

Срок действия с 01.07.77

до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на углекислый кальций, который представляет собой порошок белого цвета, не растворим в воде, растворим в кислотах.

Формула CaCO_3 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 100,09.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Углекислый кальций должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. По химическим показателям углекислый кальций должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1976

© Издательство стандартов, 1992

Переиздание с изменениями

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Наименование показателя	Норма		
	Химический чистый (х.ч.) ОКП 26 2122 0423 05	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2122 0422 06	Чистый (ч.) ОКП 26 2122 0421 07
1. Массовая доля углекислого кальция (CaCO_3), %, не менее	99	99	98
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,003	0,010	0,020
3. Массовая доля растворимых щелочей и карбонатов (в виде OH), %, не более	0,0015	0,0030	0,0080
4. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,005	0,020	0,050
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01	0,01	0,05
6. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,001	Не нормируется	
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,010
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,005	0,010
9. Массовая доля калия и натрия ($\text{K} + \text{Na}$), %, не более	0,02	0,04	0,1
10. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,02	0,02	0,05
11. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0020	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Углекислый кальций вызывает кожные заболевания. Вдыхание пыли углекислого кальция вызывает раздражение слизистых оболочек органов дыхания.

2а.2. Предельно допустимая концентрация углекислого кальция в воздухе рабочей зоны — 6 мг/м³.

Класс опасности IV в соответствии с ГОСТ 12.1.005—88.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (противопылевые респираторы, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вы-

тяжной вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

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 проведении взвешивания применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200г и ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г М.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 200 г.

3.1а. 3.1. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Определение массовой доли углекислого кальция

3.2.1. Аппаратура, посуда, реагенты и растворы

Бюретки 1—2—50—0,1 и 1—2—25—0,05 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-1(2)—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 2—2—50; 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—50 и 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бромфеноловый синий (индикатор); раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации $c(\text{HCl})=1$ моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

3.2.2. Проведение анализа

2,0000 г препарата помещают в колбу, растворяют в 50 см³ воды и добавляют пипеткой или бюреткой 50 см³ раствора соляной кислоты. Раствор нагревают до кипения и кипятят 5 мин, охлаждают и титруют из бюретки вместимостью 25 см³ раствором гидроокиси натрия в присутствии 0,4 см³ раствора бромфенолового синего до перехода желтой окраски раствора в сине-фиолетовую.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю углекислого кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,05005 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, взятый для растворения препарата, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на обратное титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,05005 — масса углекислого кальция, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.2.1 3.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

3.3.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Стакан В-1—250 ТХС и В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1—50, 1—100 и 1—250 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25%.

3.3.2. Проведение анализа

50,00 г препарата квалификации «химически чистый» помещают в стакан вместимостью 600 см³, смачивают 30 см³ воды, осторожно небольшими порциями прибавляют около 150 см³ раствора соляной кислоты до полного растворения препарата. 30,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и «чистый» помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают 30 см³ воды, осторожно небольшими порциями прибавляют около 100 см³ раствора соляной кислоты до полного растворения препарата.

Стакан накрывают часовым стеклом, раствор нагревают до кипения и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч, затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятич-

ного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый — 1,5 мг.

для препарата чистый для анализа — 3 мг,

для препарата чистый — 6 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ для препарата квалификации «химически чистый» и $\pm 20\%$ для препарата «чистый для анализа» и «чистый» при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Определение массовой доли растворимых щелочей и карбонатов (в виде ОН)

3.4.1. Аппаратура, посуда реактивы и растворы

Бюrette 1(2)—2—2—0,01 или 6(7)—2—2—0,01 по ГОСТ 20292—74.

Воронка В-75—110(140) по ГОСТ 25336—82.

Колба Кн-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—50 и 1—100 по ГОСТ 1770—74.

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

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,02$ моль/дм³ (0,02 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—88, спиртовой раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

3.4.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 50 см³ воды, тщательно взбалтывают в течение 5 мин и сразу же фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, отбрасывая первую порцию фильтрата.

30 см³ фильтрата (соответствуют 3 г препарата) помещают в коническую колбу, прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюrette раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски раствора.

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю растворимых щелочей и карбонатов (в виде ОН) (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00034 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,02 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, взятая для титрования, г;

0,00034 — масса щелочей и карбонатов в виде OH, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,02 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0001%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,0001\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.5. Определение массовой доли общего азота — по ГОСТ 10671.4—74.

При этом 0,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в 10 см³ воды и 1,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25% (ГОСТ 3118—77). Раствор нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по лакмусовой бумаге (проба на вынос) и доводят объем раствора водой до метки.

20 см³ полученного раствора (соответствуют 0,2 г препарата) для квалификации химически чистый или 10 см³ (соответствуют 0,1 г препарата) для квалификации чистый для анализа и чистый помещают в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата «химически чистый» — 0,01 мг;

для препарата «чистый для анализа» — 0,02 мг;

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли общего азота анализ проводят фотометрическим методом.

3.6. Определение массовой доли сульфатов — по ГОСТ 10671.5—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), смачивают 10 см³ воды, прибавляют 7 см³ раствора соляной кислоты, перемешивают до растворения препарата, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают, прибавляют 20 см³ воды, 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1—77), нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) с массовой долей 10%. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают, и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой.

10 см³ полученного раствора (соответствуют 0,2 г препарата) отмеряют пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 см³

(с меткой на 25 см³) и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

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

для препарата химически чистый — 0,02 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

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

3.7. Определение массовой доли фосфатов — по ГОСТ 10671.6—74.

При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 15 см³), смачивают 2—3 см³ воды и осторожно, по каплям, при перемешивании прибавляют раствор азотной кислоты до полного растворения препарата, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают, прибавляют 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2% (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и нейтрализуют раствором аммиака. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают 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.

Допускается проводить определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов анализ проводят фотометрически.

3.8. Определение массовой доли хлоридов — по ГОСТ 10671.7—74.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 40 и 50 см³), смачивают 10 см³ воды, осторожно прибавляют небольшими порциями при перемешивании раствор азотной кислоты с массовой долей 25% до полного растворения препарата (около 5 см³). Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1%, прибавляют около 15 см³ воды, перемешивают и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг,

для препарата чистый — 0,100 мг.

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

3.4.1—3.8. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.9. Определение массовой доли железа — по ГОСТ 10555—75.

При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, смачивают 5 см³ воды, прибавляют 1,5 см³ раствора соляной кислоты, 0,25 см³ раствора азотной кислоты, перемешивают до растворения препарата, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа азотной кислотой.

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

для препарата химически чистый — 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,050 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10. Определение массовой доли калия и натрия — по ГОСТ 26726—85 пламенно-фотометрическим методом

3.11. Определение массовой доли магния

3.10, 3.11. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.11.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Колбы Кн-1—250—29/32 ТС и Кн-1—50—19/36 ТС по ГОСТ 25336—82,

пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74; цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25%;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ (1 н.), не содержащий карбонатов; готовят по ГОСТ 4517—87;

раствор, содержащий Mg; готовят по ГОСТ 4212—76, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ Mg;

титановый желтый, 0,05%-ный раствор, годен в течение 3 суток, хранят в склянке с пришлифованной пробкой.

3.11.2. Проведение анализа

0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (с меткой на 100 см³), прибавляют 20 см³ воды, 1,5 см³ раствора соляной кислоты, перемешивают до растворения, затем нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают,

доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (рассвир 1).

7,5 см³ полученного раствора 1 (соответствуют 0,0375 г препарата) пипеткой помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, добавляют 12,5 см³ воды, 0,2 см³ раствора титанового желтого, 5 см³ раствора гидроокиси натрия и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 2-3 мин на фоне молочного стекла розовато-желтая окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,005 мг Mg,

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг Mg,

для препарата чистый — 0,012 мг Mg,

2,5 см³ раствора 1 (соответствуют 0,0125 г препарата), 0,2 см³ раствора титанового желтого и 5 см³ раствора гидроокиси натрия.

3.12. Определение массовой доли тяжелых металлов — по ГОСТ 17319-76.

При этом 2,00 г препарата для квалификации химически чистый или 1,00 г препарата для квалификации чистый для анализа и чистый помещают в коническую колбу (с меткой на 30 см³), смачивают 10 см³ воды и осторожно, при перемешивании, прибавляют раствор соляной кислоты с массовой долей 25% (около 7 см³) до полного растворения препарата, нагревают до кипения и кипятят 2-3 мин. Раствор охлаждают, прибавляют 1-2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2% (готят по ГОСТ 4919.1-77) и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10%. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и далее определение проводят сероводородным методом.

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг Pb,

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг Pb,

для препарата чистый — 0,050 мг Pb,

1 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора уксусно-кислого аммиака и 10 см³ сероводородной воды.

3.11.1-3.12. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2.)

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1, 11—1, 11—6.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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 углекислого кальция требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности
РАЗРАБОТЧИКИ
Г. В. Грязнов, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина,
З. М. Сульфан, Л. В. Кидлярова, Г. И. Федотова
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением
Государственного комитета стандартов Совета Министров
СССР от 06.08.76 № 1898
3. ВЗАМЕН ГОСТ 4530—66
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение ИГД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2а.2
ГОСТ 1770—74	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.11.1
ГОСТ 3118—77	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.5; 3.11.1
ГОСТ 3760—79	3.6
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4212—76	3.11.1
ГОСТ 4328—77	3.2.1; 3.11.1
ГОСТ 4517—87	3.4.1; 3.11.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1; 3.4.1; 3.6; 3.7; 3.12
ГОСТ 6709—72	3.2.1; 3.3.1; 3.11.1
ГОСТ 10555—75	3.9
ГОСТ 10671.4—74	3.5
ГОСТ 10671.5—74	3.6
ГОСТ 10671.6—74	3.7
ГОСТ 10671.7—74	3.8
ГОСТ 17319—76	3.12
ГОСТ 18300—87	3.4.1
ГОСТ 20292—74	3.2.1; 3.4.1; 3.11.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.11.1
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1; 3.4.1
ГОСТ 26726—85	3.10
ГОСТ 27025—86	3.1а
ТУ 6—09—5360—88	3.4.1

5. Срок действия продлен до 01.07.96 Постановлением Госстандарта СССР от 26.12.90 № 3323

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1992 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1986 г., декабре 1990 г. (ИУС 1—87, 4—91)

Редактор А. Л. Владимира
Технический редактор В. Н. Малькова
Корректор Е. Н. Морозова

Сдано в наб. 19.06.92. Подп. к печ. 23.07.92. Усл. п. л. 0.75. Усл. кр.-отт. 0.75. Уч.-изд. л. 0.73
Тираж 2288 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Гип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1289