



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
КАЛИЙ УКСУСНО-КИСЛЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ГОСТ 5820—78

Издание официальное

Реактивы

КАЛИЙ УКСУСНО-КИСЛЫЙ

Технические условия

Reagents. Potassium acetate.
Specifications

ГОСТ

5820—78

ОКП 26 3421 0690 08

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на уксусно-кислый калий, который представляет собой бесцветные кристаллы, в массе — белого цвета, расплывающиеся на воздухе; растворим в воде, спирте, нерастворим в эфире.

Формула $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{K}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 98,13.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Уксусно-кислый калий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям уксусно-кислый калий должен соответствовать требованиям и значениям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Значение	
	Высшая категория качества	Высшая категория качества
	Чистый для анализа (ч д а) ОКП 26 3421 0692 06	Чистый (ч) ОКП 26 3421 0691 07
1 Массовая доля уксусно-кислого калия ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{K}$) в высшенном препарате, %, не менее	99,5	99,0
2 Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,010
3 Массовая доля кислот (в пересчете на уксусную кислоту (CH_3COOH)), %, не более	0,1	0,2
4 Массовая доля щелочи (в пересчете на гидроокись калия (КОН)), %, не более	0,01	0,05
5 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,005
6 Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,001	0,005
7 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
8 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0010
9 Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002	0,005
10 Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,001	0,002
11 Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,0001	Не нормируется
12 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0010
13 Вещества, восстанавливающие марганцово-кислый калий (KMnO_4)	Должен выдерживать испытание по п 3 13	
14 Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	5	7

Примечание В препарате, применяемом в производстве кремнеорганических полимеров, дополнительно нормируется массовая доля общего азота (N) не более 0,005 %

(Измененная редакция, Иzm. № 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 взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг.

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 515 г.

3.2. Определение массовой доли уксусно-кислого калия

Определение проводят по ГОСТ 17444—76. 0,2500 г препарата, предварительно высушенного в соответствии с п. 3.14, растворяют в 25 см³ уксусной кислоты и прибавляют пипеткой (ГОСТ 20292—74) 1 см³ уксусного ангидрида. Далее определение проводят по ГОСТ 17444—76 визуальным или потенциометрическим титрованием в нейтральной среде.

Масса уксусно-кислого калия, соответствующая 1 см³ уксусно-кислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³ равна 0,009813 г.

При разногласиях в оценке массовой доли уксусно-кислого калия определение проводят потенциометрическим титрованием.

3.1; 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Стакан В (Н) = 1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1—250 по ГОСТ 1770—74.

3.3.2. Проведение анализа

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 150 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через 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 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °C до постоянной массы.

С. 4 ГОСТ 5820—78

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

для препарата чистый для анализа — 1 мг,
для препарата чистый — 2 мг.

3.4. Определение массовых долей кислот или щелочи

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 6—2—2 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(2)—50 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая CO_2 ; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

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

3.4.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды и прибавляют 3 капли раствора фенолфталеина. Если при этом раствор остается бесцветным, то прибавляют по каплям из бюретки раствор гидроокиси натрия до появления розовой окраски. Если же раствор окрашен в розовый цвет, то прибавляют по каплям из бюретки раствор соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот (CH_3COOH) или щелочи (KOH) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V m 100}{m_1},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм³ или раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса CH_3COOH (0,006) или KOH (0,00056), соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм³ или раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m_1 — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ или колориметрический стаканчик и растворяют в 20 см³ воды по ГОСТ 6709—72. К раствору прибавляют 0,1 см³ раствора α -динитрофенола (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и по каплям, при постоянном перемешивании, раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Объем раствора доводят водой до 25 см³. Далее определение проводят фототурбидиметрическим методом или визуально-неколометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

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

3.6. Определение массовой доли фосфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.6—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в 10 см³ воды. К раствору прибавляют 1—2 капли раствора α -динитрофенола (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и по каплям, при перемешивании, раствор азотной кислоты до обесцвечивания раствора. Полученный раствор выпаривают досуха. Осадок растворяют в 15 см³ горячей воды, охлаждают и далее определение проводят по желтой окраске фосфорно-ванадиевомолибденового комплекса.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли фосфатов определение заканчивают фотометрически.

3.7. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 2,00 г препарата квалификации «чистый для анализа» и 1,00 г препарата квалификации «чистый» помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с метками на 42 см³ или 50 см³), растворяют в

С. 6 ГОСТ 5820—78

35 см³ воды, прибавляют 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и нагревают до кипения. Раствор охлаждают и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синая лента», предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Объем раствора доводят водой до метки и далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим методом (в объеме 42 см³), не прибавляя раствор азотной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

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

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³ (ГОСТ 25336—82) и растворяют в 15 см³ воды. К раствору прибавляют 4 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (ГОСТ 3118—77) и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают и нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) по универсальной индикаторной бумаге до pH 3—3,5. Далее определение проводят 2,2'-дипиридиловым или 1,10-фенантролиновым методом с предварительным восстановлением соляно-кислым гидроксиламином.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание железа в применяемом объеме соляной кислоты. При обнаружении примеси железа в результат анализа вносят поправку.

3.3.1—3.8. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли кальция

3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрометра ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичные чувствительность и точность.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Стакан В(Н)-1—100 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Раствор, содержащий 1 мг/см³ кальция; готовят по ГОСТ 4212—76.

Калий уксусно-кислый по ГОСТ 5820—78 с установленной начальной массовой долей кальция по методу добавок.

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

3.9.2. Подготовка к анализу

3.9.2.1. Приготовление анализируемого раствора

5,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 30 см³ воды, переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см ³	Масса кальция в 100 см ³ раствора сравнения, мг	Массовая доля кальция в пересчете на препарат, %
1	0,1	0,1	0,002
2	0,2	0,2	0,004
3	0,3	0,3	0,006

3.9.2.2. Приготовление растворов сравнения

В три стакана помещают по 5,00 г уксусно-кислого калия, не содержащего кальция или с известным его содержанием, растворяют в 30 см³ воды, переносят в три мерные колбы и вводят указанные в табл. 2 объемы раствора кальция. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.9.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата, сравнивают интенсивность излучения резонансных линий кальция — 422,6 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен-воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли кальция. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли кальция, учитывая в качестве поправки данные, полученные при фотометрировании воды, и вычисляют среднее арифметическое интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

3.9.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градировочный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, на оси абсцисс — массовую долю кальция в процентах в пересчете на препарат.

Массовую долю кальция в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %, при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.10. Определение массовой доли магния

Определение проводят по ГОСТ 22001—87.

3.9.1—3.10. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10.1; 3.10.2. (Исключены, Изм. № 1).

3.11. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485—75. При этом 2,00 г препарата помещают в колбу прибора для определения мышьяка и растворяют в 30 см³ воды. Далее определение проводят методом с применением бромно-ртутной бумаги в серно-кислой среде.

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

для препарата чистый для анализа — 0,002 мг,
20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора двуххлористого олова и 5 г цинка.

3.12. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76. При этом 4,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 100 см³ (ГОСТ 25336—82) с притертой или резиновой пробкой и растворяют в 30 см³ воды. Далее определение проводят сероводородным методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг Pb,
для препарата чистый — 0,04 мг Pb,

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

3.11; 3.12. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.13. Определение веществ, восстанавливающих марганцово-кислый калий

3.13.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4(5)—2—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрации с (1/5 KMnO₄) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч., раствор с массовой долей 20 %.

3.13.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 20 см³ раствора серной кислоты и раствор марганцово-кислого калия концентрации точно с (1/5 KMnO₄) = 0,1 моль/дм³:

для препарата чистый для анализа — 0,3 см³,
для препарата чистый — 0,5 см³.

Содержимое колбы перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если розовая окраска раствора не исчезает в течение 30 мин.

Одновременно с применяемыми объемами воды и серной кислоты проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси веществ, восстанавливающих марганцово-кислый калий, в результат анализа вносят поправку.

3.14. Определение массовой доли потерь при высушивании

Проводят по ГОСТ 14870—77 из навески 1,5000 г препарата при температуре 150 °C.

3.13.1—3.14. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.14.1—3.14.2. (Исключены, Изм. № 1).

С. 10 ГОСТ 5820—78

3.15. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. При этом 1,00 г препарата помещают в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82) прибора для отделения аммиака дистилляцией и растворяют в 45 см³ воды. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля общего азота не будет превышать 0,05 мг.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

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.

Группа фасовки: III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат транспортируют 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 препарата 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).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Уксусно-кислый калий действует раздражающе на кожу и слизистые оболочки глаз и дыхательных путей. При попадании препарата или его растворов на кожу и слизистые его необходимо смыть обильной струей воды.

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

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Смородинская, К. П. Лесина, Л. В. Кидиярова,
Г. В. Федотова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16.05.78 № 1307

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5820—68

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	3.3.1; 3.4.1; 3.9.1; 3.13.1
ГОСТ 3118—77	3.4.1; 3.8
ГОСТ 3760—79	3.8
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4204—77	3.13.1
ГОСТ 4212—76	3.9.1
ГОСТ 4328—77	3.4.1
ГОСТ 4517—87	3.4.1
ГОСТ 4919.1—77	3.4.1; 3.5; 3.6
ГОСТ 5457—75	3.9.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.5; 3.9.1; 3.13.1
ГОСТ 10485—75	3.11
ГОСТ 10555—75	3.8
ГОСТ 10671.4—74	3.15
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.6—74	3.6
ГОСТ 10671.7—74	3.7
ГОСТ 14870—77	3.14
ГОСТ 17319—76	3.12
ГОСТ 17444—76	3.2
ГОСТ 18300—87	3.4.1
ГОСТ 20292—74	3.2; 3.4.1; 3.9.1; 3.13.1
ГОСТ 20490—75	3.13.1
ГОСТ 22001—87	3.10
ГОСТ 24104—88	3.1a

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 25336—82	3.3.1; 3.4.1; 3.8; 3.9.1; 3.12; 3.13.; 3.15
ГОСТ 25794.1—83	3.4.1
ГОСТ 25794.2—83	3.13.1
ГОСТ 27025—86	3.1а

5. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 3 — 93 от 17.02.93)
6. Переиздание (апрель 1993 г.) с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1987 г. (ИУС 2—88)

Редактор *Л. А. Афанасенко*

Технический редактор *В. Н. Прусакова*

Корректор *Т. А. Васильева*

Сдано в набор 12.07.93. Подп. в печ. 16.08.93. Усл. печ. л. 0,93. Усл. кр.-отт. 0,93.
Уч.-изд л. 0,79. Тир. 991 экз. С 465.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1535