ГОСТ 8677—76

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КАЛЬЦИЯ ОКСИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 11—2000

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 546.41-31-41:006.354 Группа Л51

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы

КАЛЬЦИЯ ОКСИД

Технические условия

ГОСТ 8677—76

Reagents.
Calcium oxide. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 1121 0350 07

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на оксид кальция, который представляет собой белые куски или порошок, слипающийся в комки; трудно растворим в воде, растворим в кислотах. На воздухе поглощает влагу и CO_2.

Формула: CaO.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 56,08.

Все требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Оксид кальция 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 оксид кальция должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1121 0352 05	Чистый (ч.) ОКП 26 1121 0351 06
1. Массовая доля оксида кальция (CaO), %, не менее	97,5	96,0
2. Массовая доля углекислого кальция ($CaCO_3$), %, не более	1,0	2,5
3. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,01	0,02
4. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,03	0,06
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,02	0,05
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,005	0,010
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,01	0,02
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,005	0,010
9. Массовая доля суммы калия и натрия (K+Na), %, не более	0,5	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 2004

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

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).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 55 г.

3.2. **Определение массовой доли оксида кальция и углекислого кальция.**

3.2.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517;

кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н.) и c (HCl) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1;

метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1;

фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта;

бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 29251;

пипетка 2(3)—2—5 или 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336;

ступка 3 по ГОСТ 9147.

3.2.2. Около 1,0000 г препарата взвешивают в стаканчике для взвешивания, помещают в сухую фарфоровую ступку, осторожно смачивают 5 см^3 воды и титруют из бюретки в ступке в присутствии 2—3 капель раствора фенолфталеина раствором соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, растирая комочки пестиком до полного исчезновения розовой окраски титруемого раствора. Затем к раствору в ступке прибавляют 1—2 капли раствора метилового оранжевого и продолжают титрование раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до перехода желтой окраски раствора в розовую.

3.2.3. *Обработка результатов*

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

$$X = \frac{V \cdot 0{,}02804 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в присутствии фенолфталеина, см^3;

m — масса навески препарата, г;

0,02804 — масса оксида кальция, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 1 моль/дм^3, г.

Массовую долю углекислого кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0{,}005004 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в присутствии метилового оранжевого, см^3;

m — масса навески препарата, г;

0,005004 — масса углекислого кальция, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

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

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при определении оксида кальция и ±0,2 % при определении углекислого кальция при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3. **Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ**

3.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

стакан В(Н)-400(500) по ГОСТ 25336;

тигель фильтрующий типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336;

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей около 1,5 %.

3.3.2. *Проведение анализа*

10,00 г препарата помещают в стакан, осторожно смачивают 25 см^3 воды и растворяют в 60 см^3 раствора соляной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают на водяной бане в течение 1 ч и 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 горячей водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с азотнокислым серебром) и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±40 % для препарата квалификации «чистый для анализа» и ±25 % для препарата квалификации «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.4. **Определение массовой доли общего азота**

Определение проводят по ГОСТ 10671.4. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смачивают 10 см^3 воды, прибавляют 6 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и перемешивают до полного растворения препарата, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Раствор сохраняют для определения сульфатов (п. 3.5) и железа (п. 3.7).

10 см^3 полученного раствора (соответствует 0,10 г препарата) для препарата квалификации «чистый для анализа» или 5 см^3 полученного раствора (соответствует 0,05 г препарата) для препарата «чистый» помещают пипеткой в круглодонную колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия по лакмусовой бумаге (проба на вынос) и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,03 мг,

для препарата чистый — 0,03 мг.

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

3.5. **Определение массовой доли сульфатов**

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 10 см^3 раствора, полученного по п. 3.4 (соответствует 0,10 г препарата), помещают пипеткой в стакан или коническую колбу (с меткой на 25 см^3). Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Затем прибавляют 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760) с массовой долей 10 %, доводят объем раствора водой до 25 см^3 и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

Допускается проводить определение визуально-нефелометрическим методом по ГОСТ 10671.5 (способ 3) из навески 0,40 г.

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

для препарата «чистый для анализа» — 0,08 мг;

для препарата «чистый» — 0,20 мг.

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

3.6. **Определение массовой доли хлоридов**

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 или 40 см^3), осторожно смачивают 5 см^3 воды и прибавляют по каплям раствор азотной кислоты с массовой долей 25 % до полного растворения препарата (8 см^3). Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Затем прибавляют 15 см^3 воды 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 чистый для анализа — 0,050 мг,

для препарата чистый — 0,100 мг.

При необходимости в результат анализа вводят поправку на массу хлоридов в применяемом для растворения растворе азотной кислоты.

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

3.7. **Определение массовой доли железа**

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 10 см^3 раствора, полученного по п. 3.4 (соответствуют 0,1 г препарата), помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,

для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается проводить определение визуально.

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

3.8. **Определение массовой доли тяжелых металлов**

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 30 см^3), осторожно смачивают 2 см^3 воды и прибавляют концентрированную соляную кислоту до полного растворения препарата (~ 2 см^3). К раствору прибавляют 0,5 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина (ГОСТ 5456) с массовой долей 20 %, 15 см^3 воды, 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1), перемешивают и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25 %. Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и далее определение проводят сероводородным методом без добавления раствора уксуснокислого аммония и прибавляют 5 см^3 сероводородной воды (вместо 10 см^3).

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг Pb,

для препарата чистый — 0,050 мг Pb.

0,5 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, нейтрализованного раствором аммиака, 1 см^3 уксусной кислоты и 5 см^3 сероводородной воды.

3.9. **Определение массовой доли калия и натрия**

3.9.1. *Приборы, аппаратура, реактивы и растворы*

спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1;

фотоумножители типов ФЭУ-38, ФЭУ-51, ФЭУ-17, ФЭУ-22;

баллон с пропан-бутаном;

горелка;

распылитель;

колба 2—100—2 по ГОСТ 1770;

пипетки 6(7)—2—25, 4(5)—2—2 и 2(3)—2—20 по ГОСТ 29227;

стакан В(Н)-1—50 ТХС по ГОСТ 25336;

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе или вода деминерализованная;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 5 %;

растворы, содержащие калий и натрий; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор массовой концентрации по 0,01 мг/см^3 калия и натрия (раствор *А*).

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

3.9.2. *Подготовка к анализу*

3.9.2.1. Приготовление анализируемых растворов

0,100 г препарата помещают в стакан, растворяют в 2 см^3 раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

3.9.2.2. Приготовление растворов сравнения

В четыре мерные колбы помещают по 20 см^3 воды и указанные в табл. 2 объемы раствора *А*, затем растворы перемешивают,объем каждого раствора доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

3.9.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Масса примеси в 100 см^3 раствора сравнения, мг		Массовая доля примеси в пересчете на препарат, %	
		Na	K	Na	K
1	3	0,03	0,03	0,03	0,03
2	5	0,05	0,05	0,05	0,05
3	15	0,15	0,15	0,15	0,15
4	25	0,25	0,25	0,25	0,25

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий K-766,5 и Na-589,0—589,6 нм, возникающих в спектре пламени пропан — бутан — воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примесей калия и натрия. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальных массовых долей примесей, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании воды. После каждого измерения распыляют воду.

3.9.4. *Обработка результатов*

По данным, полученным для растворов сравнения, строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения по оси ординат, массовую долю примесей калия и натрия в пересчете на препарат в процентах — по оси абсцисс. Массовую долю калия и натрия в препарате в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.1—3.9. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

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

Группа фасовки: IV, V, VI, VII (до 50 кг).

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192. На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433 (классификационный шифр 8113, черт. 8, класс 8, подкласс 8.1), серийный номер ООН 1910.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — 6 мес со дня изготовления.

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

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Препарат в виде пыли и капель взвеси раздражает слизистые оболочки органов дыхания, попадая на кожу, вызывает тяжелые ожоги, особенно сильно действует на слизистую оболочку глаз.

6.2. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 3 мг/м^3.

6.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать меры личной гигиены. Не допускать попадания препарата на слизистые оболочки и на кожу.

6.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Испытания препарата в лабораториях следует проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция,Изм. № 1).

6.5. При проведении анализа окиси кальция с использованием горючего газа следует соблюдать меры противопожарной безопасности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 03.09.76 № 2077

3. ВЗАМЕН ГОСТ 8677—66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1277—75	3.3.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1,3.9.1
ГОСТ 3118—77	3.2.1,3.3.1,3.9.1
ГОСТ 3760—79	3.5
ГОСТ 3885—73	2.1,3.1,4.1
ГОСТ 4212—76	3.9.1
ГОСТ 4517—87	3.2.1,3.3.1
ГОСТ 4919.1—77	3.2.1,3.5,3.8
ГОСТ 5456—79	3.8
ГОСТ 6709—72	3.3.1,3.9.1
ГОСТ 9147—80	3.2.1
ГОСТ 10555—75	3.7
ГОСТ 10671.4—74	3.4
ГОСТ 10671.5—74	3.5
ГОСТ 10671.7—74	3.6
ГОСТ 14192—96	4.1
ГОСТ 17319—76	3.8
ГОСТ 18300—87	3.2.1
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1,3.3.1,3.9.1
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 29227—91	3.2.1,3.9.1
ГОСТ 29251—91	3.2.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 16.08.91 № 1364

6. ИЗДАНИЕ (декабрь 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в августе 1991 г. (ИУС 11—91)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 18.02.2004. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,75.
Тираж 97 экз. С 923. Зак. 94.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов