ГОСТ 450—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАЛЬЦИЙ ХЛОРИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2006

УДК 661.842.321:006.354 Группа Л14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАЛЬЦИЙ ХЛОРИСТЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Calcium chloride for industrial use.
Specifications

ГОСТ 450—77

МКС 71.060.50
ОКП 21 5221, 21 5222

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на технический хлористый кальций, применяемый в химической, лесной и деревообрабатывающей, нефтяной, нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности, в холодильной технике, в строительстве и изготовлении строительных материалов, в цветной металлургии, при строительстве и эксплуатации автомобильных дорог, а также в качестве осушителя и для других целей.

Требования настоящего стандарта являются обязательными, кроме пп. 3, 5, 6, 7 табл. 1.
(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Хлористый кальций выпускается трех марок: кальцинированный, гидратированный и жидкий.

Размер частиц хлористого кальция, выпускаемого в виде чешуек и гранул, не должен превышать 10 мм.

1.3. По физико-химическим показателям хлористый кальций должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Кальцинированный		Гидратированный	Жидкий
	Высший сорт	1-й сорт		
1. Внешний вид	Порошок или гранулы белого цвета		Чешуйки или гранулы белого или серого цвета	Раствор желтовато-серого или зеленоватого цвета прозрачный или с легкой мутью
2. Массовая доля хлористого кальция, %, не менее	96,5	90	80	35
3. Массовая доля магния в пересчете на $MgCl_2$, %, не более	0,5	0,5	Не нормируется	Не нормируется

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© Стандартинформ, 2006

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Кальцинированный		Гидратированный	Жидкий
	Высший сорт	1-й сорт		
4. Массовая доля прочих хлоридов, в том числе $MgCl_2$, в пересчете на NaCl, %, не более	1,5	Не нормируется	5,5	3
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,004	То же	Не нормируется	Не нормируется
6. Массовая доля не растворимого в воде остатка, %, не более	0,1	0,5	0,5	0,15
7. Массовая доля сульфатов в пересчете на сульфат-ион, %, не более	0,1	Не нормируется	0,3	Не нормируется

Примечания:

1. Для хлористого кальция, получаемого в виде побочного продукта при производстве бертолетовой соли и гипохлорита кальция, массовая доля хлоратов в пересчете на хлорноватокислый калий должна быть не более 2,7 % в гидратированном продукте и не более 1,2 % в жидком продукте.
2. Допускается в жидком хлористом кальции, изготовляемом в течение года по безупарочному способу, массовая доля хлористого кальция не менее 32 %, а в продукте, изготовляемом другими способами в период с октября по апрель (включительно), массовая доля хлористого кальция — не менее 30 %.
3. Допускается в гидратированном хлористом кальции массовая доля хлористого кальция не менее 76 % до 01.01.95; в гидратированном хлористом кальции по согласованию с потребителем допускается массовая доля прочих хлоридов, в том числе $MgCl_2$, в пересчете на NaCl, не более 6 %.
4. Для электротехнической промышленности в кальцинированном хлористом кальции высшего сорта массовая доля сульфатов в пересчете на сульфат-ион должна быть не более 0,05 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1.4. Коды ОКП технического хлористого кальция приведены в табл. 1а.

Таблица 1а

Наименование вида продукции	Код ОКП
Кальцинированный порошок	21 5221 0100
порошок, высший сорт	21 5221 0120
порошок, 1-й сорт	21 5221 0130
Кальцинированный, гранулы	21 5221 0200
гранулы, высший сорт	21 5221 0220
гранулы, 1-й сорт	21 5221 0230
Гидратированный, чешуйки	21 5221 0400
Гидратированный, гранулы	21 5221 0500
Жидкий	21 5222 0100

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Хлористый кальций принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим качественным показателям, сопровождаемый одним документом о качестве, в количестве, не превышающем сменную выработку. При поставке продукта в железнодорожных цистернах за партию принимают каждую цистерну.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Для проверки качества хлористого кальция на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта отбирают 3 % единиц продукции, но не менее трех при партии, состоящей менее чем из 30 единиц.

При отгрузке продукта в цистернах пробу отбирают из каждой цистерны.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке от той же партии или удвоенном объеме пробы. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2.4. Массовую долю магния в пересчете на хлористый магний, нерастворимого в воде остатка, железа и сульфатов изготовитель определяет по требованию потребителя.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

Точечные пробы из мешков, барабанов и мягких контейнеров отбирают щупом, погружая его на 3/4 глубины. Масса точечной пробы, отобранной из мешка, барабана, не должна быть менее 0,2 кг, из контейнера — не менее 0,5 кг. Для хлористого кальция, упакованного в потребительскую тару, из каждого отобранного ящика или мешка отбирают по одному пакету или по одной банке.

У изготовителя допускается отбирать точечные пробы массой не менее 0,2 кг от 5 т непосредственно из потока продукции в момент ее упаковывания.

Отобранные точечные пробы объединяют в общую пробу, тщательно перемешивают и сокращают квартованием или механическим делителем до массы средней пробы не менее 0,5 кг.

Из цистерны и бочки жидкий хлористый кальций отбирают пробоотборником или бутылочкой из трех разных по высоте мест — вблизи поверхности продукта, из середины и вблизи дна.

Допускается отбор проб жидкого хлористого кальция не менее 200 $см^3$ от 20 т из струи при наливе и сливе продукта.

Перед отбором пробы из бочек их содержимое предварительно тщательно перемешивают путем катания бочек.

Отобранные пробы в равных количествах по объему наливают в чистую сухую бутылку или банку, тщательно перемешивают и оставляют среднюю пробу общим объемом 500 $см^3$.

Полученную среднюю пробу помещают в чистую сухую банку с притертой пробкой или завинчивающейся крышкой бутылку или полиэтиленовый мешочек. Банку, бутылку плотно закрывают, полиэтиленовый мешочек завязывают.

На банку, бутылку или полиэтиленовый мешочек наклеивают или прикрепляют этикетку со следующими обозначениями: наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии и даты отбора проб.

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

3.2. Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации х. ч. или ч. д. а., допускается применение наряду с указанными в стандарте посуды аналогичного типа, в том числе импортной, и средств измерений по точности не ниже отечественных.

Результаты анализа каждого показателя округляют до последней значащей цифры нормы, указанной для данного показателя в таблице технических требований. Промежуточные результаты параллельных определений должны содержать на одну значащую цифру больше.

Допускается применение других методов анализа, не уступающих по точности методам, регламентированным настоящим стандартом.

При разногласиях в оценке качества продукта анализ проводят в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3. Внешний вид продукта определяют визуально.

3.4. Определение массовой доли хлористого кальция

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104* 2-го и 3-го классов точности.

Гири Г-210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328*.

Колба мерная 1—250—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1—250—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—20 по НТД.

Цилиндр 1—10 и 1—100 по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12 по ГОСТ 25336.

---

* С 1 июля 2002 г. действуют ГОСТ 24104—2001 и ГОСТ 7328—2001 соответственно (здесь и далее).

Бюретка 3—2—50—0,1 по НТД.

Этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 10398; поправочный коэффициент (титр) раствора трилона Б устанавливают в соответствии с ГОСТ 10398.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3.

Кальцион, раствор с массовой долей 0,1 %; годен в течение месяца.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.4.2. Проведение анализа

В стаканчике СН взвешивают от 2,0 до 2,1 гидратированного или от 1,5 до 1,6 г кальцинированного, или от 2,5 до 2,7 см^3 жидкого хлористого кальция (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в воде, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают пипеткой 20 см^3 полученного раствора, прибавляют 100 см^3 воды, 5 см^3 раствора гидроокиси натрия, 10 капель раствора кальциона и титруют раствором трилона Б до перехода розовой окраски раствора в голубую.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.4.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}00555 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 20},$$

V — объем раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент (титр) раствора трилона Б концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3;

m — масса навески, г;

0,00555 — масса хлористого кальция, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б концентрации точно c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %, при доверительной вероятности P = 0,95.

3.5. Определение массовой доли магния в пересчете на хлористый магний

3.5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр типа «Сатурн» или другого типа, работающий в диапазоне длин волн от 200 до 800 нм.

Компрессор любого типа.

Ацетилен растворимый технический по ГОСТ 5457.

Колба мерная 1—100—2, 1—250—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—25, 2—2—10 по НТД.

Бюретка 3—2—10—0,1 по НТД.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Все растворы и воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой посуде.

Допускается применять сжатый воздух давлением не менее 2 атм.

3.5.2. Приготовление образцовых растворов

Раствор магния массовой концентрации 1 г/дм^3; готовят по ГОСТ 4212.

Раствор массовой концентрации магния 0,01 г/дм^3; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 10 см^3 раствора магния, приготовленного по ГОСТ 4212, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор А).

Растворы сравнения массовой концентрации магния 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 2,00 мг/дм^3 готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают с помощью бюретки следующие объемы раствора А: 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 20,0 см^3. Затем объемы растворов сравнения доводят водой до 100 см^3 и тщательно перемешивают.

3.5.3. Проведение анализа

10 см^3 раствора, приготовленного в соответствии с п. 3.4, отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Подготовка к определению проводится согласно инструкции к прибору. Определение проводят с использованием спектральной линии (нμ) Mg = 285,2.

Нулевую линию прибора устанавливают по воде. Определение проводят по градуировочному графику (способ 1) и с применением ограничивающих растворов (способ 2).

3.4.3—3.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5.3.1. Определение массовой доли магния по способу 1

После подготовки прибора проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления всех растворов, а также анализируемого раствора и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли магния. После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с растворов с максимальным содержанием магния. Каждое измерение проводят три раза и вычисляют среднее значение показаний регистрирующего устройства для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду. По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат показания регистрирующего устройства, а на оси абсцисс — массовую концентрацию магния в миллиграммах на кубический дециметр.

3.5.3.2. Определение массовой доли магния по способу 2

Выбирают два раствора сравнения — один большей, другой меньшей концентрации магния по сравнению с анализируемым раствором. Концентрация магния во всех трех растворах должна быть одного порядка. Растворы сравнения и анализируемый раствор один за другим фотометрируют в одинаковых условиях и регистрируют величину сигнала.

3.5.4. Обработка результатов

3.5.4.1. При определении массовой доли магния по способу 1 массовую концентрацию магния находят по градуировочному графику. Массовую долю магния в пересчете на хлористый магний (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c \cdot 100 \cdot 250 \cdot 100 \cdot K}{m \cdot 1000 \cdot 1000 \cdot 10} = \frac{c \cdot K}{4m},$$

где c — массовая концентрация магния, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

10 — объем раствора, приготовленного в соответствии с п. 3.4, взятого для анализа, см^3;

m — масса навески хлористого кальция, г;

K — коэффициент пересчета магния (3,9157) на хлористый магний.

3.5.4.2. При определении магния по способу 2 массовую долю магния в пересчете на хлористый магний (X_1') в процентах вычисляют по формуле

$$X_1' = \left[c_1 + \frac{(c_2 - c_1) \cdot (A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{K}{4m},$$

где c_1 и c_2 — массовая концентрация магния в растворах сравнения ($c_2 > c_1$), мг/дм^3;

A — показания регистрирующего устройства для анализируемого раствора;

A_1 и A_2 — показания регистрирующего устройства для растворов сравнения (A_1 — с меньшей концентрацией магния, A_2 — с большей концентрацией магния);

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета магния на хлористый магний.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Примечание. При концентрации магния меньшей, чем 0,1 мг/дм^3, определение следует проводить с меньшим разбавлением анализируемого раствора, сохраняя указанную шкалу растворов сравнения.

3.5.3.1—3.5.4.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.5а. Определение массовой доли прочих хлоридов, в том числе $MgCl_2$ в пересчете на NaCl

3.5а.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 3—3—50—0,1 по НТД.

Колба Кн-1—250—14/23 по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—20 по НТД.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор плотностью 1,3 г/см^3 и раствор концентрации c (HNO_3) = 0,1 моль/дм^3.

Бромфеноловый синий водорастворимый индикатор.

Дифенилкарбазон (индикатор), смешанный индикатор готовят следующим образом: 0,5 г дифенилкарбазона растворяют в 70—80 см^3 теплого этилового спирта, прибавляют 0,05 бромфенолового синего и доводят объем раствора спиртом до 100 см^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Ртуть азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520, раствор концентрации $c(\frac{1}{2}Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O) =$ = 0,1 моль/дм³; готовят следующим образом: 17,13 г азотнокислой 1-водной ртути (II) растворяют в 500 см³ воды, добавляют 4 см³ азотной кислоты плотностью 1,3 г/см³, доводят объем раствора водой до 1000 см³, перемешивают и фильтруют; поправочный коэффициент (титр) раствора устанавливают по хлористому натрию в присутствии смешанного индикатора.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.5а.2. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 20 см³ раствора, полученного в соответствии с п. 3.4.2, прибавляют 8—10 капель смешанного индикатора, раствор азотной кислоты концентрации $c(HNO_3)$ = 0,1 моль/дм³ до изменения окраски раствора в желтый цвет, прибавляют 1 см³ избытка азотной кислоты и титруют раствором азотнокислой ртути до изменения окраски раствора в сиреневый цвет.

3.5а.3. Обработка результатов

Массовую долю прочих хлоридов в том числе $MgCl_2$ в пересчете на NaCl (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \left[\frac{V \cdot K \cdot 0{,}003545 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 20} - X \cdot 0{,}6389\right] \cdot 1{,}6485,$$

где V — объем раствора азотнокислой ртути концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент (титр) азотнокислой ртути концентрации $c(\frac{1}{2}Hg(NO_3)_2 \times$ $\times H_2O) = 0{,}1$ моль/дм³;

0,003545 — масса хлор-иона, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислой ртути концентрации точно 0,1 моль/дм³, г/см³;

m — масса навески, г;

X — массовая доля хлористого кальция, определенная в соответствии с п. 3.4.3, %;

0,6389 — коэффициент пересчета массы $CaCl_2$ на хлор-ион;

1,6485 — коэффициент пересчета массы хлор-иона на хлористый натрий.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.5а—3.5а.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.6. Определение массовой доли железа

3.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56-М (или других типов).

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 3-го классов точности.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328.

Бюретка 3—2—10—0,02 по НТД.

Пипетка 2—2—10 по НТД.

Цилиндр 1—10, 1—50 по ГОСТ 1770.

Колба мерная 1—100—2, 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %. 2,2′-Дипиридил или 1,10-фенантролин, раствор готовят следующим образом: 2,5 г 2,2′-дипиридила или 1,10-фенантролина растворяют в 25 см³ спирта и разбавляют водой до 500 см³.

Кислота аскорбиновая, водный раствор с массовой долей 5 %, который следует оберегать от воздействий света, воздуха и тепла, пригоден в течение двух недель.

Раствор А, содержащий 1 мг Fe^{3+} в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212.

Раствор Б готовят разбавлением водой 10 см³ раствора А до 1 дм³. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг Fe^{3+} (пригоден свежеприготовленный).

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³ и раствор с массовой долей 25 %.

Универсальная индикаторная бумага.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6.2. Подготовка к анализу

Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы. Для этого бюреткой в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают 0,5; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7 и 8 см^3 раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050; 0,060; 0,070 и 0,080 мг Fe^{3+}. В каждую колбу добавляют по 20 см^3 воды, по 2 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, по 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, по 5 см^3 раствора 2,2′-дипиридила или 1,10-фенантролина и по 35—40 см^3 воды; pH 3,5 полученных растворов устанавливают добавлением раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге, объем их доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнением, не содержащий железа; для этого в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 2 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, доводят водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность образцовых растворов по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр (при длине волны 500—540 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу железа в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

3.6.3. Проведение анализа

Взвешивают в стаканчике СН 25 см^3 жидкого или от 10,0 до 10,5 гидратированного или кальцинированного хлористого кальция (результат в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 50 см^3 воды, 2 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3, кипятят 3—5 мин, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой, перемешивают, фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата.

В зависимости от массовой доли железа в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой 10—50 см^3 раствора жидкого хлористого кальция или 5—25 см^3 раствора гидратированного или кальцинированного хлористого кальция, прибавляют воду до 50 см^3, 2 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 5 см^3 аскорбиновой кислоты, 5 см^3 раствора 2,2′-дипиридила или 1,10-фенантролина, pH 3,5 растворов устанавливают добавлением водного раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге, доводят водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения следующим образом: 10—50 см^3 раствора жидкого хлористого кальция или 5—25 см^3 раствора гидратированного или кальцинированного хлористого кальция отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по п. 3.6.2. Массу железа в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

Оставшуюся часть фильтрата сохраняют для определения сульфатов фотонефелометрическим методом.

3.6.2, 3.6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.6.4. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot m \cdot V},$$

где m — масса навески хлористого кальция, г;

m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, взятый для колориметрирования, см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7. Определение массовой доли не растворимого в воде остатка

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 3-го классов точности.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328.

Шкаф сушильный, позволяющий регулировать температуру в диапазоне 80 °С—200 °С.

Стакан Н-1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Тигель ТФ-20-ПОР 16 ХС или ТФ-32-ПОР 16 ХС.
Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.
Стаканчик для взвешивания СН-34/12 по ГОСТ 25336.
Эксикатор по ГОСТ 25336.
Фильтр обеззоленный «синяя лента».
Силикагель по ГОСТ 3956, высушенный при 150 °С—180 °С.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1 %.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Стеклянный фильтрующий тигель типов ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.
(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7.2. Проведение анализа

В сухой взвешенный стакан вместимостью 250 $см^3$ после тщательного перемешивания цилиндром отмеряют 100 $см^3$ пробы жидкого хлористого кальция и взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака). Взвешивают в стаканчике СН от 20 до 21 г гидратированного или кальцинированного хлористого кальция (результат в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), переносят в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 100 $см^3$ воды. Стакан с пробой нагревают до кипения, выдерживают на водяной бане в течение 1 ч, фильтруют через стеклянный фильтрующий тигель или через бумажный фильтр, предварительно высушенные при 105 °С—110 °С до достижения постоянной массы. Остаток на фильтре промывают водой, нагретой до кипения, до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с азотнокислым серебром), высушивают при 105 °С—110 °С до достижения постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого в воде остатка (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса фильтра с остатком после высушивания, г;
m_2 — масса пустого фильтра, г;
m — масса навески хлористого кальция, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.7.2, 3.7.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8. Определение массовой доли сульфатов в пересчете на сульфат-ион

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 950 °С—1000 °С.
Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 3-го классов точности.
Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328.
Стаканчик для взвешивания СН-34/12 по ГОСТ 25336.
Стакан Н-1—250, Н-1—400 ТС по ГОСТ 25336.
Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.
Колба мерная 1—250—2 по ГОСТ 1770.
Пипетка 2—2—100 по НТД.
Тигли низкие 3 или 4 по ГОСТ 9147.
Фильтр обеззоленный «синяя лента».
Эксикатор по ГОСТ 25336.
Силикагель по ГОСТ 3956, высушенный при 150 °С—180 °С.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/$см^3$.
Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.
Аммиак водный по ГОСТ 3760.
Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1 %.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.8.2. Проведение анализа

Взвешивают в стаканчике СН от 25 до 26 г хлористого кальция (результат в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ воды, 15 $см^3$ соляной кислоты и кипятят 10 мин. К горячему раствору прибавляют аммиак для осаждения гидроокиси железа, доводят до кипения, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают, фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата.

100 $см^3$ полученного фильтрата отбирают пипеткой в стакан вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ воды, нейтрализуют соляной кислотой по метиловому красному, добавляют 1,5 $см^3$ избытка соляной кислоты, нагревают до кипения и приливают медленно по каплям 10 $см^3$ кипящего раствора хлористого бария. По истечении не менее 8 ч раствор с осадком фильтруют через плотный беззольный фильтр, осадок на фильтре промывают горячей водой до исчезновения реакции на хлор-ион (проба с азотнокислым серебром). Промытый осадок с фильтром помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, подсушивают, осторожно без воспламенения фильтра озоляют, прокаливают при 800 °С—900 °С до достижения постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.8.3. Обработка результатов

Массовую долю сульфатов в пересчете на сульфат-ион (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 0{,}4115 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 100},$$

где m_1 — масса прокаленного осадка сернокислого бария, г;

0,4115 — коэффициент пересчета массы сернокислого бария на сульфат-ион;

m — масса навески хлористого кальция, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Массовую долю сульфатов допускается определять фотонефелометрическим методом (см. приложение).

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.9. Определение массовой доли хлоратов в пересчете на хлорноватокислый калий

3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-100—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—20 по НТД.

Бюретка 3—2—25—0,1 по НТД.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770.

Воронка В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148, раствор концентрации $c\,(FeSO_4 \cdot 7H_2O) = 0{,}1$ моль/$дм^3$; готовят следующим образом: 28 г $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ растворяют в воде, приливают 100 $см^3$ серной кислоты и доводят объем раствора водой до 1000 $см^3$.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435, раствор с массовой долей 10 % готовят следующим образом: 10 г $MnSO_4 \cdot 5H_2O$ растворяют в 80 $см^3$ воды, смывая навеску через воронку в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ серной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации точно $c\,(\frac{1}{5}KMnO_4) = 0{,}1$ моль/$дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.9.2. Проведение анализа

Взвешивают в стаканчике СН от 1 до 2 г кальцинированного, гидратированного или жидкого хлористого кальция (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, предварительно заполненную углекислым газом или любым инертным газом, свободным от кислорода, и содержащую 20 $см^3$ раствора закисного сернокислого железа, отобранного пипеткой. Закрыв колбу пробкой с клапаном Бунзена, кипятят содержимое колбы в течение 10 мин, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 10 $см^3$ раствора сернокислого марганца и избыток раствора закисного сернокислого железа титруют раствором марганцовокислого калия до первого изменения окраски раствора.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт, для чего 20 $см^3$ раствора закисного сернокислого железа отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ раствора сернокислого марганца и титруют раствором марганцовокислого калия до первого изменения окраски раствора.

3.9.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоратов в пересчете на хлорноватокислый калий (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}002043 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно $c(1/5\,KMnO_4)$ = = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование 20 $см^3$ раствора сернокислого закисного железа концентрации $c\,(FeSO_4 \cdot 7H_2O)$ = 0,1 моль/$дм^3$, $см^3$;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно $c\,(1/5\,KMnO_4)$ = = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование избытка раствора сернокислого закисного железа концентрации $c\,(FeSO_4 \cdot 7H_2O)$ = 0,1 моль/$дм^3$, $см^3$;

0,002043 — масса хлорноватокислого калия, соответствующая 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия концентрации точно $c\,(\frac{1}{5}KMnO_4)$ = 0,1 моль/$дм^3$, г/$см^3$;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 %, при доверительной вероятности P = 0,95.

3.9.1—3.9.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.9а. Упрощенный метод определения массовой доли хлоратов в пересчете на хлорноватокислый калий

3.9а.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-100—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—20 по НТД.

Бюретка 3—2—25—0,1 по НТД.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770.

Воронка В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148, раствор концентрации $c\,(FeSO_4 \cdot 7H_2O)$ = = 0,1 моль/$дм^3$; готовят следующим образом: 28 г $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ растворяют в воде, приливают 100 $см^3$ серной кислоты и доводят объем раствора водой до 1000 $см^3$.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435, раствор с массовой долей 10 %; готовят следующим образом: 10 г $MnSO_4 \cdot 5H_2O$ растворяют в 80 $см^3$ воды, смывая навеску через воронку в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ серной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = = 0,1 моль/$дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.9а.2. Проведение анализа

Взвешивают в стаканчике СН от 1 до 2 г кальцинированного, гидратированного или жидкого хлористого кальция (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, содержащую 20 $см^3$ раствора закисного сернокислого железа, отобранного пипеткой, нагревают до кипения и кипятят в течение 40 — 60 с. Охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 10 $см^3$ раствора сернокислого марганца и избыток раствора закисного сернокислого железа титруют раствором марганцовокислого калия до первого изменения окраски раствора.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт, для чего 20 $см^3$ раствора сернокислого закисного железа отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, нагревают до кипения и кипятят в течение 40—60 с. Охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 10 $см^3$ раствора сернокислого марганца и титруют раствором марганцовокислого калия до первого изменения окраски раствора.

3.9а.3. Обработка результатов

Массовую долю хлоратов в пересчете на хлорноватокислый калий (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}002043 \cdot 100}{m},$$

где V — объем марганцовокислого калия концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование 20 $см^3$ раствора сернокислого закисного железа концентрации c ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$, $см^3$;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование избытка раствора сернокислого закисного железа концентрации c ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$, $см^3$;

0,002043 — масса хлорноватокислого калия, соответствующая 1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$, г/$см^3$;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоратов анализ проводят по п. 3.9.

3.9а.—3.9а.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Кальцинированный и гидратированный хлористый кальций упаковывают: в мягкие специализированные контейнеры МКР-1, ОМ-1,0; МКР-1, ОМ-0,8; МКО-1, ОС; МК-Т,5Л по нормативно-технической документации; в стальные барабаны по ГОСТ 5044 (типы I, II, исполнение Б); в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811 (толщина пленки (0,22 ± 0,03) мм); по соглашению с потребителем в пятислойные битумированные мешки по ГОСТ 2226.

Масса нетто барабана — не более 150 кг, мешка — не более 50 кг.

Хлористый кальций, предназначенный для розничной торговли и других целей, упаковывают в потребительскую тару — пакеты, изготовленные из ламинированной бумаги по ГОСТ 2228, полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 или других термосвариваемых материалов, а также в стеклянные банки по ОСТ 6—15—345 или полиэтиленовые банки с навинчивающейся крышкой и вкладышем или прокладкой из того же материала по ОСТ 6—15—608.

Масса нетто продукта — 250—5000 г. Допускаемые отклонения от массы ± 5 %.

Пакеты, банки с хлористым кальцием укладывают в ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13841 или ГОСТ 13511.

По согласованию с заказчиком разрешается упаковывание хлористого кальция, расфасованного в пакеты, в бандероли из оберточной бумаги в два слоя по ГОСТ 8273 или ГОСТ 8828.

Масса нетто продукта в ящике или бандероли — не более 15 кг.

При перевозке водным или железнодорожно-водным транспортом кальцинированный и гидратированный хлористый кальций упаковывают в стальные барабаны по ГОСТ 5044 (типы I, II, исполнение Б), а также в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811 или пленочные мешки-вкладыши (толщина пленки — не менее 0,08 мм), вложенные в льно-джуто-кенафные мешки по ГОСТ 30090.

По соглашению с потребителем при перевозке водным или железнодорожно-водным транспортом допускается упаковывание хлористого кальция в пленочные мешки-вкладыши (толщина пленки — не менее 0,08 мм), вложенные в пятислойные бумажные битумированные мешки по ГОСТ 2226.

Жидкий хлористый кальций упаковывают в металлические бочки по ГОСТ 17366, ГОСТ 6247, ГОСТ 13950.

При отправке в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности хлористый кальций упаковывают по ГОСТ 15846.

Полиэтиленовые мешки заваривают, битумированные и льно-джуто-кенафные зашивают. Допускается полиэтиленовые мешки зашивать.

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

4.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

Маркировка, характеризующая продукцию, должна содержать:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукта;

марку продукта;

номер партии;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта;

манипуляционный знак «Беречь от влаги» (на контейнеры наносится манипуляционный знак «Герметичная упаковка»).

Указанную маркировку наносят при повагонной отправке или отправке продукта в один адрес не менее чем на четыре тарных места. На остальные тарные места наносят маркировку со следующими данными: обозначение продукта, обозначение стандарта, манипуляционный знак «Беречь от влаги» (на контейнеры — «Герметичная упаковка»).

Маркировка мелкой упаковки содержит следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукта;

марку продукта;

обозначение настоящего стандарта;

массу упаковки;

назначение продукта.

На вторичную упаковку наклеивают ярлык со следующими обозначениями:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукта;

марка продукта;

обозначение настоящего стандарта;

масса единичной упаковки;

количество упаковок.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.4. Хлористый кальций транспортируют любым видом транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Жидкий хлористый кальций транспортируют в чистых промытых или пропаренных железнодорожных цистернах с нижним сливом, автомобильных цистернах с нижним сливом или танкерах. Допускается по согласованию с потребителем транспортировать технический хлористый кальций в железнодорожных цистернах без нижнего слива. Цистерны с остатком хлористого кальция допускается заливать без их промывки или пропаривания при наличии положительного анализа качества остатка.

Хлористый кальций, упакованный в мешки, стальные барабаны, металлические бочки, по железной дороге транспортируют крытыми железнодорожными вагонами, упакованный в специализированные мягкие контейнеры — полувагонами.

Кальцинированный и гидратированный хлористый кальций, упакованный в мешки, стальные барабаны или бочки, транспортируют пакетами в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида. Средства скрепления — по ГОСТ 24597.

Укладка внутри вагона производится в два яруса.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.5. Хлористый кальций хранят в крытых складских помещениях, исключающих попадание влаги.

На открытых площадках допускается хранение хлористого кальция, упакованного в специализированные мягкие контейнеры или мешки, сформированные в транспортные пакеты, скрепленные термоусадочной пленкой. Площадка, где укладываются пакеты и мягкие контейнеры, должна быть очищена от выступающих и острых предметов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие хлористого кальция требованиям настоящего стандарта, при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Гарантийный срок хранения хлористого кальция — восемь месяцев со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Хлористый кальций пожаро- и взрывобезопасен.

Технический хлористый кальций по степени воздействия на организм относится к умеренно опасным веществам (3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005).

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 2 мг/м^3.

Токсичных соединений в воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ хлористый кальций не образует.

В организме хлористый кальций не кумулируется.

6.2. Хлористый кальций быстро поглощает влагу, при систематическом воздействии раздражает и осушает кожу; особенно раздражающе действует на слизистые оболочки верхних дыхательных путей и глаз.

При попадании хлористого кальция на кожу и глаза обмыть обильной струей воды.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

6.3. Работающие с хлористым кальцием должны быть обеспечены специальной одеждой, специальной обувью и индивидуальными средствами защиты по действующим нормам.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.4, 6.5. **(Исключены, Изм. № 2).**

6.6. Производственные помещения и лаборатории, в которых проводятся работы с хлористым кальцием, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ СУЛЬФАТОВ В ПЕРЕСЧЕТЕ НА СУЛЬФАТ-ИОН

(Фотонефелометрический метод)

1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 3-го классов точности.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М (или других типов).

Колба Кн-1—100—ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка 3—2—25—0,1 по НТД.

Пипетка 2—2—5 (10, 25, 50) по НТД.

Цилиндр 1—10 и 1—500 по НТД.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Раствор А, содержащий 1 мг SO_4^{2-} в 1 см^3, готовят по ГОСТ 4212.

Раствор Б, содержащий 0,1 мг SO_4^{2-} в 1 см^3, готовят разбавлением раствора А в 10 раз.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Барий хлористый по ГОСТ 4108.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Реактив на сульфаты готовят следующим образом: в 500 см^3 воды растворяют последовательно 120 г хлористого натрия, добавляют 10 см^3 соляной кислоты, 500 см^3 глицерина, 50 г хлористого бария, перемешивают, оставляют на двое суток и, если раствор мутный, фильтруют, хранят в темном месте.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2. Подготовка к анализу

2.1. Построение градуировочного графика

В конические колбы вместимостью 100 см^3 с меткой на 50 см^3, отбирают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,25; 0,50; 0,75; 1,0; 1,25; 1,50 мг S_4^{2-}, разбавляют водой до 50 см^3, приливают 10 см^3 реактива на сульфатах, перемешивают в течение 1 мин.

Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий SO_4^{2-} следующим образом: в коническую колбу вместимостью 100 см^3 приливают 50 см^3 воды и 10 см^3 реактива на сульфатах, перемешивают.

Через 5 мин встряхивают в течение 15 с и измеряют оптическую плотность образцовых растворов по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре при длине волны 434 нм (синий светофильтр) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу сульфат-иона (SO_4^{2-}) в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

3. Проведение анализа

В зависимости от содержания сульфатов 5—50 см^3 фильтрата, полученного по п. 3.6.3, отбирают пипеткой коническую колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до 50 см^3, приливают 10 см^3 реактива на сульфатах, перемешивают в течение 1 мин. Через 5 мин встряхивают в течение 15 с и измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по п. 2.1.

Массу сульфат-иона в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

4. Обработка результатов

Массовую долю сульфатов в пересчете на сульфат-ион (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot m \cdot V},$$

где m_1 — масса сульфат-иона, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески хлористого кальция, г;

V — объем анализируемого раствора, взятый для фотонефелометрирования, см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19.04.77 № 962**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 450—70 и ГОСТ 5.831—71**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 12.1.005—88	6.1
ГОСТ 435—77	3.9.1, 3.9а.1
ГОСТ 1277—75	3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 1770—74	3.4.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.9а.1, 5.1
ГОСТ 2226—88	4.1
ГОСТ 2228—81	4.1
ГОСТ 3118—77	3.6.1, 3.8.1, приложение
ГОСТ 3760—79	3.6.1, 3.8.1
ГОСТ 3956—76	3.7.1, 3.8.1
ГОСТ 4108—72	3.8.1, приложение
ГОСТ 4148—78	3.9.1, 3.9а.1
ГОСТ 4204—77	3.9.1, 3.9а.1
ГОСТ 4212—76	3.5.2, 3.6.1, приложение
ГОСТ 4233—77	Приложение, 3.5а.1
ГОСТ 4328—77	3.4.1
ГОСТ 4461—77	3.5а.1
ГОСТ 4520—78	3.5а.1
ГОСТ 5044—79	4.1
ГОСТ 5457—75	3.5.1
ГОСТ 6247—79	4.1
ГОСТ 6259—75	Приложение
ГОСТ 6709—72	3.4.1, 3.5.1, 3.5а.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, приложение 3.9а.1, 3.10.1
ГОСТ 7328—82	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.9а1, приложение
ГОСТ 8273—75	4.1
ГОСТ 8828—89	4.1
ГОСТ 9147—80	3.8.1
ГОСТ 10354—82	4.1
ГОСТ 10398—76	3.4.1
ГОСТ 10652—73	3.4.1
ГОСТ 14192—96	4.2
ГОСТ 13511—91	4.1
ГОСТ 13841—95	4.1
ГОСТ 13950—91	4.1
ГОСТ 15846—2002	4.1
ГОСТ 17366—80	4.1
ГОСТ 17811—78	4.1
ГОСТ 18300—87	3.6.1, 3.5а.1, 3.8.1
ГОСТ 20490—75	3.9.1, 3.9а.1
ГОСТ 24104—88	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.9а.1, приложение
ГОСТ 24597—81	4.4
ГОСТ 25336—82	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.9а.1, 3.5а.1, приложение
ГОСТ 30090—93	4.1
ОСТ 6—15—345—81	4.1
ОСТ 6—15—608—88	4.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 14.05.92 № 475

6. ИЗДАНИЕ (август 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в мае 1983 г., марте 1988 г., мае 1992 г. (ИУС 8—83, 7—88, 8—92)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 18.09.2006. Формат 60 × 84 $^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,80. Тираж 59 экз. Зак. 622. С 3278.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6