

№ 244

Контрольный
экземпляр

ГОСТ 24363—80

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ
КАЛИЯ ГИДРООКИСЬ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное



Представительство ФГУ Пермский ЦСМ 5902400246, абонент: "Сода-Хлорат", ИНН: 5905016951, дата печати 09-08-2010

Представительство ФГУ Пермский ЦСМ 5902400246, абонент: "Сода-Хлорат", ИНН: 5905016951, дата печати 09-08-2010

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва



ГОСТ 24363—80

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.08.80 № 4218
3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	4.10.1; 4.12.1	ГОСТ 6563—75	4.11.1
ГОСТ 1770—74	4.3; 4.4.1; 4.6.1; 4.11.1; 4.12.1; 4.13.1	ГОСТ 10398—76	4.13.3
ГОСТ 3117—78	4.12.1	ГОСТ 10555—75	4.11; 4.11.1; 4.11.2
ГОСТ 3118—77	4.4.1; 4.6.1; 4.8.1; 4.10.1; 4.12.1	ГОСТ 10671.1—74	4.7
ГОСТ 3760—79	4.10.1; 4.12.1	ГОСТ 10671.4—74	4.9
ГОСТ 3765—78	4.8.1	ГОСТ 10671.6—74	4.8.2
ГОСТ 3885—73	3.1; 4.1; 5.1	ГОСТ 10671.7—74	4.5
ГОСТ 4108—72	4.6.1	ГОСТ 11293—89	4.6.1
ГОСТ 4145—74	4.6.1	ГОСТ 18300—87	4.6.1
ГОСТ 4212—76	4.6.1; 4.8.1; 4.10.1; 4.12.1; 4.13.1	ГОСТ 25336—82	4.3; 4.4.1; 4.6.1; 4.8.1; 4.9
ГОСТ 4517—87	4.3; 4.4.1; 4.6.1; 4.8.1; 4.10.1; 4.12.1	ГОСТ 25794.1—83	4.4.1; 4.6.1
ГОСТ 4919.1—77	4.4.1; 4.6.1; 4.8.1; 4.10.1; 4.11.1; 4.12.1	ГОСТ 27025—86	4.2
ГОСТ 5457—75	4.13.1	ГОСТ 29227—91	4.4.1; 4.6.1; 4.8.1; 4.10.1; 4.11.1; 4.12.1; 4.13.1
		ГОСТ 29251—91	4.4.1
		ТУ 6—09—5384—88	4.8.1

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
5. ИЗДАНИЕ (июнь 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в мае 1987 г. (ИУС 9—87)

Переиздание (по состоянию на июнь 2008 г.)

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

Подписано в печать 29.07.2008. Формат 60 × 84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
 Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,86. Тираж 97 экз. Зак. 1000.

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.

Представительство: ФГУ Пермский ЦСМ 5902400246, абонент: "Сода-Хлорат", ИНН: 5905016951, дата печати 09-08-2010

Представительство: ФГУ Пермский ЦСМ 5902400246, абонент: "Сода-Хлорат", ИНН: 5905016951, дата печати 09-08-2010

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**Реактивы****КАЛИЯ ГИДРООКИСЬ****ГОСТ
24363—80****Технические условия**Reagents. Potassium hydroxide.
SpecificationsМКС 71.040.30
ОКП 26 1142Дата введения **01.12.80**

Настоящий стандарт распространяется на реактив — гидроксид калия, который представляет собой белые чешуйки, гранулы чечевицеобразной формы или куски с кристаллической структурой на изломе; сильно гигроскопичен, хорошо растворим в воде и спирте; быстро поглощает из воздуха углекислоту и воду и постепенно переходит в углекислый калий.

Формула КОН.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 56,11.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Гидроксид калия должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 1142 0013	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1142 0012	Чистый (ч.) ОКП 26 1142 0011
1. Массовая доля гидроксида калия (КОН), %, не менее	86,0	85,0	84,5
2. Массовая доля углекислого калия (K ₂ CO ₃), %, не более	0,6	1,0	1,5
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,004	0,008
4. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,0005	0,002	0,003
5. Массовая доля кремниевой кислоты (SiO ₂), %, не более	0,002	0,002	0,005
6. Массовая доля фосфатов (PO ₄), %, не более	0,0002	0,0002	0,001
7. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,0005	0,0005	0,001
8. Массовая доля тяжелых металлов (Ag), %, не более	0,0005	0,0005	0,001
9. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0005	0,001
10. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,0001	0,0001	0,001
11. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,001	0,001	0,001

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 2003
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Гидроокись калия в виде раствора и пыли действует прижигающе на кожные покровы и слизистые оболочки.

Предельно допустимая концентрация аэрозоля гидроокиси калия в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) — 0,5 мг/м³.

При концентрации выше допустимой гидроокись калия может вызывать ожоги и хронические заболевания кожных покровов. Особенно опасно попадание ее в глаза.

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

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

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 600 г.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

4.2. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

4.3. Приготовление исходного раствора

Исходный раствор гидроокиси калия, применяемый для большинства анализов, готовят следующим образом: из отобранной пробы удаляют верхний слой и быстро отбирают в стаканчик для взвешивания (СВ—34/12, СН—60/14 (85/15) по ГОСТ 25336) 100,00 г препарата. Навеску препарата помещают в мерную колбу (1(2)—500—2 по ГОСТ 1770) вместимостью 500 см³, растворяют в воде, не содержащей углекислоты (приготовленной по ГОСТ 4517), при охлаждении. Объем доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Исходный раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. Определение массовой доли гидроокиси калия и углекислого калия

4.4.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl})=0,1$ моль/дм³ и 1 моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор, готовят по ГОСТ 4919.1.

Фенолфталеин (индикатор), раствор, готовят по ГОСТ 4919.1

Бюретка 1(2)—2—50 по ГОСТ 29251.

Колба 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Колба КН-1—250—19/26 (29/32) по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—50 по ГОСТ 29227.

4.4.2. Проведение анализа

50 см³ исходного раствора (соответствует 10 г препарата) вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 250 см³, объем доводят до метки водой и перемешивают (раствор 1). 50 см³ полученного раствора 1 пипеткой переносят в колбу, доливают водой до 90 см³, добавляют 3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ до обесцвечивания (ориентировочное определение объема).

В другую такую же колбу вносят пипеткой 50 см³ раствора 1, добавляют 3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, но в объеме на 0,5—1 см³ меньше, чем при ориентировочном определении, и дотитровывают раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³. После добавления 3 капель раствора метилового оранжевого дотитровывают раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ до появления оранжевой окраски. Оба объема выражают в кубических сантиметрах раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³.

4.4.1, 4.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.3. Обработка результатов

4.4.3.1. Массовую долю гидроокиси калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(2 V_1 - V_2) \cdot 50 \cdot 0,05611 \cdot 100}{m}$$

4.4.3.2. Массовую долю углекислого калия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{2(V_2 - V_1) \cdot 50 \cdot 0,06911 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование по фенолфталеину, см³;

V_2 — суммарный объем раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, израсходованный на титрование по фенолфталеину и метиловому оранжевому, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,05611 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, г;

0,06911 — масса углекислого калия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднееарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать для гидроокиси калия — 0,5 %, для углекислого калия — 0,2 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7.

При этом 5 см³ исходного раствора (соответствует 1 г препарата) помещают в колбу вместимостью 50 см³, нейтрализуют раствором азотной кислоты по *n*-нитрофенолу. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом.

Наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора должна быть не интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,02 мг Cl,

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг Cl,

для препарата чистый — 0,08 мг Cl

и те же количества реактивов.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение массы хлоридов в применяемом для нейтрализации объеме азотной кислоты и при их обнаружении в результате определения вносят поправку.

4.6. Определение массовой доли сульфатов

4.6.1. Реактивы, растворы и посуда

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 5 %; профильтрованный через плотный беззольный фильтр.

Желатин по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 0,2 %.

Калий серноокислый по ГОСТ 4145, раствор с массовой долей 0,02 % в растворе этилового спирта.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300, раствор с объемной долей 30 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl})=1$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1, и раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

n-Нитрофенол (индикатор); раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Раствор, содержащий SO₄; готовят по ГОСТ 4212.

Пипетка 2—2—5; 2—2—20; 4—2—1; 5—2—5; 6—2—10 по ГОСТ 29227.

Пробирка П-1—5—0,1; П-2—10—0,2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1—100 ТХС ГОСТ 25336.

4.6.2. Проведение анализа

20 см³ исходного раствора для квалификации х.ч. и ч.д.а. (соответствует 4 г препарата) или 5 см³ исходного раствора для квалификации ч. (соответствует 1 г препарата) вносят пипеткой в стакан вместимостью 100 см³, добавляют около 0,2 см³ (для х.ч. и ч.д.а.) и 0,05 см³ (для ч.) раствора *n*-нитрофенола. Раствор нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % до обесцвечивания. Объем раствора водой доводят до 39 см³ и добавляют 1 см³ раствора желатина. Отдельно в пробирку помещают 0,1 см³ раствора серноокислого калия, 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, 3 см³ раствора хлористого бария и встряхивают в течение 1 мин. Затем содержимое пробирки добавляют к анализируемому раствору, пробирку ополаскивают наибольшим объемом воды и объем раствора доводят водой до 50 см³.

Наблюдаемая через 1 ч опалесценция анализируемого раствора должна быть не интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,02 мг SO₄,

для препарата чистый для анализа — 0,08 мг SO₄.

С. 4 ГОСТ 24363—80

для препарата чистый — 0,03 мг SO_4
и те же количества реактивов.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение массы сульфатов в применяемом для нейтрализации объеме соляной кислоты и при их обнаружении в результате определения вносят поправку.

4.6.1, 4.6.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7. Определение массовой доли кремнекислоты проводят по ГОСТ 10671.1 (способ 2).

При этом 5,00 г препарата взвешивают в платиновой чашке, растворяют в 30 см³ воды, нейтрализуют раствором соляной кислоты по *n*-нитрофенолу, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и объем доводят водой до метки 20 см³ этого раствора для квалификации х.ч. и ч.д.а. (соответствует 1,00 г препарат) или 10 см³ раствора для квалификации ч. (соответствует 0,5 г препарата) с помощью пипетки вносят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Добавляют 1 см³ реактива А, раствор выдерживают в течение 10 мин при комнатной температуре, после чего добавляют 1 см³ раствора щавелевой кислоты, 1 см³ реактива В и доводят объем водой до 25 см³. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.1 (способ 2).

Наблюдаемая окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,020 мг SiO_2 ,
для препарата чистый для анализа — 0,020 мг SiO_2 ,
для препарата чистый — 0,025 мг SiO_2

и те же количества реактивов и растворов.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение массы кремнекислоты в применяемом для нейтрализации объеме соляной кислоты и при их обнаружении в результате определения вносят поправку.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8. Определение массовой доли фосфатов

4.8.1. Реактивы, растворы и посуда

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и растворы с массовой долей 25 и 5 %; готовят по ГОСТ 4517.

n-Нитрофенол (индикатор) раствор; готовят по ГОСТ 4919.1.

Олово двуххлористое 2-водное по ТУ 6—09—5384, раствор с массовой долей 2 % в соляной кислоте.

Раствор, содержащий PO_4 ; готовят по ГОСТ 4212.

Эфир этиловый медицинский.

Воронка ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—5, 6—2—10, 4—2—1(2) по ГОСТ 29227.

4.8.2. Проведение анализа

5 см³ исходного раствора (соответствуют 1 г препарата) нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % по *n*-нитрофенолу и объем раствора доводят водой до 50 см³. Добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и доводят рН раствора до 1,8 раствором соляной кислоты с массовой долей 5 %. Далее раствор нагревают до кипения, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, помещают в делительную воронку и экстрагируют 10 см³ этилового эфира. Эфирный слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и встряхивают с 0,2 см³ раствора 2-водного двуххлористого олова. Наблюдаемая синяя окраска анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,002 мг PO_4 ,
для препарата чистый для анализа — 0,002 мг PO_4 ,
для препарата чистый — 0,010 мг PO_4

и те же количества реактивов.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт на определение массы фосфатов в применяемом для нейтрализации объеме соляной кислоты и при их обнаружении в результате анализа вносят поправку.

Допускается определять фосфаты по ГОСТ 10671.6 фотометрическим методом по желтой окраске фосфорнованадиево-молибденового комплекса.

4.8.1, 4.8.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9 Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4. При этом 30 см³ исходного раствора, свежеприготовленного по п. 4.3 (соответствуют 6 г препарата квалификации химически чистый и чистый для

анализа) или 15 см³ исходного раствора (соответствуют 3 г препарата квалификации чистый) вносят в колбу прибора (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336), доводят объем раствора водой до 150 см³ и далее определение проводят визуально-колориметрическим или фотометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно таким же образом и содержащего в таком же объеме для препарата квалификации химически чистый, чистый для анализа и чистый 0,03 мг азота и те же количества реактивов.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9.1, 4.9.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.10. Определение массовой доли тяжелых металлов (в виде Ag)

4.10.1 Реактивы и растворы

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:3.

Вода сероводородная, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, 90 %-ная.

n-Нитрофенол (индикатор), раствор, готовят по ГОСТ 4919.1.

Раствор, содержащий Ag, готовят по ГОСТ 4212.

Пипетка 2(3)—2—25; 4—2—1(2); 6(7)—2—10(25) по ГОСТ 29227.

4.10, 4.10.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.10.2. Проведение анализа

25 см³ исходного раствора (соответствует 5 г препарата) нейтрализуют соляной кислотой по *n*-нитрофенолу и подщелачивают раствором аммиака до тех пор, пока одна капля не вызовет снова желтую окраску. Затем добавляют еще 1 см³ уксусной кислоты и 10 см³ сероводородной воды. Объем раствора доводят водой до 50 см³.

Наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый — 0,025 мг Ag,

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

для препарата чистый — 0,050 мг Ag

и те же количества реактивов.

Сравнение проводят в стеклянных цилиндрах вместимостью 50 см³ с запаянным ровным дном, высотой не менее 300 мм.

4.11. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555.

4.11.1. Реактивы, растворы, аппаратура и посуда

Реактивы, растворы, аппаратура — по ГОСТ 10555.

n-Нитрофенол (индикатор); раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Колба 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2(3)—2—25; 2(3)—2—10; 6(7)—2—5(10); 6(7)—2—25 по ГОСТ 29227.

Чашка из платины № 118—2 по ГОСТ 6563.

4.11.2. Проведение анализа

25 см³ исходного раствора, приготовленного по п. 4.3 (соответствуют 5 г препарата квалификации химически чистый и чистый для анализа) или 10 см³ исходного раствора (соответствуют 2 г препарата квалификации чистый) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, нейтрализуют раствором соляной кислоты по *n*-нитрофенолу и далее проводят определение по ГОСТ 10555 2,2'-дипиридиловым методом. При этом контрольный раствор готовят следующим образом. Объем раствора соляной кислоты, израсходованный на нейтрализацию анализируемого раствора, выпаривают в платиновой чашке почти досуха. Остаток переносят водой в мерную колбу вместимостью 100 см³ и далее определение проводят, как описано при построении градуировочного графика.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят 2—2'-дипиридиловым методом.

Допускается определять массовую долю железа по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом.

4.11, 4.11.1, 4.11.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.11.2.1, 4.11.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.12. Определение массовой доли алюминия

4.12.1. Реактивы и растворы

Алюминон, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4517, годен к применению через 1 ч после приготовления.

