



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КРЕМНИЙ (IV) ОКСИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9428-73

Издание официальное

БЗ 6-92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ

Москва

Реактивы

КРЕМНИЙ (IV) ОКСИД

Технические условия

Reagents. Silicon (IV) oxide.
Specifications

ГОСТ

9428—73

ОКП 26 1122 0040 02

Дата введение

01.01.75

Проверен в 1979 г.

Настоящий стандарт распространяется на оксид кремния (IV) (безводную кремневую кислоту), представляющий собой белый кристаллический порошок со сростками кристаллов различной формы и размеров, нерастворим в азотной, серной и соляной кислотах, растворим во фтористо-водородной кислоте и в растворах щелочей.

Препарат применяют в аналитической химии для определения азотной кислоты, фтора и галоидов, а также в производстве люминофоров и в радиотехнике.

Формула: SiO_2 .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 60,08.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Оксид кремния (IV) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. По физико-химическим показателям оксид кремния (IV) должен соответствовать нормам, указанным в таблице.



С. 2 ГОСТ 9428—73

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1122 0042 00	Чистый (ч.) ОКП 26 1122 0041 01
1. Массовая доля оксида кремния (IV) (SiO_2), %, не менее	98	96
2. Массовая доля нелетучих с фтористо-водородной кислотой веществ, %, не более	0,2	0,5
3. Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более	1,5	3,0
4. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,002	0,005
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,015	Не нормируются
6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002	0,005
8. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,003	0,007

Примечание. Срок действия показателя «Массовая доля потерь при прокаливании» — 6 мес.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- 2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.
- 2.2. Массовую долю сульфатов и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

- 3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

Для взвешивания применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг с ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и приборов по классу точности и реагентов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 30 г.

3.2. Определение массовых долей оксида кремния (IV), потерь при прокаливании и нелетучих с фтористо-водородной кислотой веществ

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.1. Посуда, реактивы и растворы

пипетка 4(5)-2-1(2) по ГОСТ 20292-74;

пипетка или цилиндр из полиэтилена;

тигель из платины по ГОСТ 6563-75;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

кислота серная по ГОСТ 4204-77;

кислота фтористо-водородная по ГОСТ 10484-78.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.2. Проведение анализа

Около 2,0000 г препарата помещают в платиновый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), прокаливают до постоянной массы при 800-900°C, охлаждают и взвешивают. Прокаленный остаток смачивают 2 см³ воды, прибавляют 0,25 см³ серной кислоты, 10 см³ фтористо-водородной кислоты и нагревают на электрической плитке с асбестом в вытяжном шкафу до полного улетучивания жидкости и паров серной кислоты. Затем прокаливают еще 5 мин при 600-700°C, охлаждают и взвешивают.

Одновременно в тех же условиях определяют нелетучий остаток в применяемых реактивах.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю оксида кремния (IV) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{[m - m_1 - (m_2 - m_3)] \cdot 100}{m},$$

где m — масса препарата, г;

m_1 — масса потерь при прокаливании, г;

m_2 — масса остатка после обработки фтористо-водородной кислотой прокаленного препарата, г;

m_3 — масса остатка после обработки фтористо-водородной кислотой применяемого количества реагентов, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,25%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,15\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Массовая доля потерь при прокаливании (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — масса препарата, г;

m_1 — масса потерь при прокаливании, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10%.

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

Массовую долю нелетучих с фтористо-водородной кислотой веществ (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_3) \cdot 100}{m},$$

где m — масса препарата, г;

m_2 — масса остатка после обработки фтористо-водородной кислотой прокаленного препарата, г;

m_3 — масса остатка после обработки фтористо-водородной кислотой применяемого количества реагентов, г.

После определения нелетучий остаток анализируемого препарата и в применяемых реактивах сохраняют для определения железа.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 30\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Определение массовой доли нитратов
(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.1. (Исключен, Изм. № 2).

3.3.2. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10671.2—74. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (ГОСТ 25336—82), прибавляют 20 см³ воды и ставят метку. Колбу помещают на водянную баню и выдерживают на ней 10—15 мин. Затем содержимое колбы охлаждают, доводят объем водой до метки и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой, в коническую колбу, отбрасывая первую порцию фильтрата.

5 см³ полученного фильтрата (соответствует 0,5 г препарата) помещают пипеткой (ГОСТ 20292-74) в выпарительную чашку вместимостью 25 см³ (ГОСТ 9147-80) и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток количественно переносят 10 см³ горячей воды в коническую колбу, охлаждают и далее определение проводят методом с применением индиго кармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора, наблюдаемая на фоне молочного стекла, не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг NO₃,

для препарата чистый — 0,025 мг NO₃,

1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ индиго кармина, 12 см³ концентрированной серной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74 визуально-нефелометрическим (способ 1) или фототурбидиметрическим методом.

При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 50 см³ воды, 2 см³ раствора соляной кислоты, перемешивают и ставят метку. Содержимое колбы нагревают до кипения и осторожно, при частом перемешивании, кипятят 5 мин, затем охлаждают, доводят объем водой до метки и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой, в коническую колбу вместимостью 100 см³, отбрасывая первую порцию фильтрата.

26 см³ полученного фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) помещают цилиндром в коническую колбу вместимостью 50—100 см³, прибавляют 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ раствора хлористого бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реагента.

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

для препарата чистый для анализа — 0,075 мг SO₄, 1 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ раствора хлористого бария.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7-74 визуально-нефелометрическим методом в объеме 43 см³ (вместо 40 см³).

При этом 1,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 60 см³ воды, 3 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25%, перемешивают, ставят

метку, нагревают до кипения и выдерживают, периодически перемешивая, на водяной бане в течение 5 мин. Полученную смесь охлаждают, доводят объем водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, в коническую колбу вместимостью 100 см³, отбрасывая первую порцию фильтрата.

42 см³ полученного фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают цилиндром в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1 см³ раствора азотно-кислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Cl,

для препарата чистый — 0,05 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и 1 см³ раствора азотно-кислого серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75 сульфосалициловым методом. При этом нелетучий остаток после обработки анализируемого препарата фтористо-водородной кислотой, полученный по п. 3.2, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 10 см³ раствора соляной кислоты (тигель накрывают часовым стеклом). Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают — раствор А. Если раствор мутный, его фильтруют.

Одновременно таким же образом обрабатывают нелетучий остаток применяемых реагентов — раствор Б.

10 см³ раствора А (соответствуют 0,4 г препарата) и 10 см³ раствора Б помещают в мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая, прибавляют по 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют по 5 см³ раствора аммиака, доводят объемы растворов водой до меток и снова перемешивают — анализируемый и контрольный растворы. Далее определение проводят по ГОСТ 10555—75.

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

для препарата чистый для анализа — 0,008 мг,

для препарата чистый — 0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76 тиоацетамидным методом. Анализ заканчивают фотометрически или визуально. При этом 0,50 г препарата помещают в платиновый тигель (ГОСТ 6563—75), смачивают 0,5 см³ воды, прибавляют 0,1 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204—77), 3 см³ фтористо-водородной кислоты (ГОСТ 10484—78) и нагревают на электрической плитке с асбестом в вытяжном шкафу до полного улетучивания жидкости и паров серной кислоты. Затем прокаливают еще 5 мин при 500 °С и охлаждают.

Остаток растворяют при нагревании на водяной бане в 2 см³ раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) с массовой долей 25 %, накрыв тигель часовым стеклом; раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, прибавляют 1 см³ раствора 4-водного винно-кислого калия-натрия, перемешивают, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до pH 7 по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), прибавляют 2 см³ избытка раствора гидроокиси натрия, 1 см³ раствора тиоацетамида, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и через 10 мин фотометрируют.

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

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг,

для препарата чистый — 0,035 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Транспортную тару маркируют по ГОСТ 14192—77.

4.4. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие оксида кремния (IV) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ САНИТАРИИ

6.1. Оксид кремния (IV) обладает умеренно токсическим действием. При вдыхании в виде пыли действует раздражающее на слизистые оболочки дыхательных путей.

Длительное воздействие пыли оксида кремния (IV) на организм человека может вызвать хроническое заболевание легких — силикоз.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2. Предельно допустимая концентрация оксида кремния (IV) в воздухе рабочей зоны производственных помещений 1 мг/м³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.3. Не допускать попадания препарата на слизистые оболочки дыхательных путей при отборе проб, анализе, производстве, применении и хранении его. Работы производить при наличии местных вытяжных устройств и общей приточно-вытяжной вентиляции, пользуясь респиратором.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ:

Г. В. Грязнов, В. Г. Брудзь, И. Л. Ротенберг, З. М. Нивина,
Л. З. Климова, Л. В. Кидиярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением
Государственного комитета стандартов Совета Министров
СССР от 10.08.73 № 2119

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 9428-60

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3885-73	2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 10671.2-74	3.3.2
ГОСТ 4204-77	3.2.1	ГОСТ 10671.5-74	3.4
ГОСТ 6563-75	3.2.1, 3.3.1	ГОСТ 10671.7-74	3.5
ГОСТ 6709-72	3.2.1, 3.4	ГОСТ 17319-76	3.7
ГОСТ 9147-80	3.3.2	ГОСТ 20292-74	3.2.1, 3.3.2
ГОСТ 10484-78	3.2.1	ГОСТ 25336-82	3.3.2
ГОСТ 10555-75	3.6	ГОСТ 27025-86	3.1а

6. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН ДО 01.01.95 Постановлением
Госстандарта СССР от 28.06.89 № 2202

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1979 г., июне 1989 г. (ИУС 9-79, 11-89)

Редактор *А. В. Цыганкова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. Л. Шнайдер*

Сдано в набор 06.04.93. Подп. в печ. 29.06.93. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт.0,70.
Уч.-изд. л. 0,58. Тир. 853 экз. С314.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6, Зак. 224