

РЕАКТИВЫ**Методы определения примеси хлоридов**

Reagents. Methods for the determination of chlorides

**ГОСТ
10671.7—74**МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси хлоридов: фототурбидиметрический и визуально-нефелометрический.

Методы основаны на образовании опалесценции хлорида серебра при взаимодействии ионов серебра и хлора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Ia. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

Ia.1. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Ia.2. Масса навески анализируемого реагента, проведение предварительной обработки навески, масса хлоридов в растворах сравнения должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реагент.

Ia.3. Масса хлоридов в навеске анализируемого реагента должна быть в пределах:
 0,005—0,050 мг при определении визуально-нефелометрическим методом (способ 1);
 0,010—0,100 мг при определении визуально-нефелометрическим методом (способ 2);
 0,010—0,075 мг при определении фототурбидиметрическим методом (способ 1);
 0,010—0,200 мг при определении фототурбидиметрическим методом (способ 2).

Ia.4. При взвешивании навески анализируемого реагента, а также навесок реагентов для приготовления растворов, применяемых для анализа, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

Ia.2—Ia.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Ia.5. После добавления каждого реагента растворы перемешивают.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Ia.6. При необходимости растворы нейтрализуют растворами аммиака или азотной кислоты по универсальной индикаторной бумаге, если в нормативно-технической документации на анализируемый реагент нет других указаний.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Ia.7. Для фильтрования растворов применяют обеззоленные фильтры «синяя лента», промытые горячей водой или горячей водой, подкисленной азотной кислотой (раствор с массовой долей азотной кислоты около 1 %).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Ia.8. Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в стандарте на анализируемый реагент.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Ia.9. (Исключен, Изм. № 2).

С. 2 ГОСТ 10671.7—74

1а.10. При наличии опалесценции в анализируемом растворе определение проводят фототурбидиметрическим методом с введением поправки на значение оптической плотности раствора анализируемого реагента.

1а.11. Если при растворении или разложении навески анализируемого реагента или нейтрализации анализируемого раствора применяют реагенты, в состав которых входит примесь хлоридов, то вводят поправку, устанавливаемую контролльным опытом.

1а.10, 1а.11. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.12. При хранении растворов реагентов (если нет указаний об ограничении сроков хранения их) при помутнении, образовании хлопьев или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

1а.13. Определение примесей хлоридов необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с кислотами и легколетучими солями, содержащими хлориды.

1а.12, 1а.13. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

16. РЕАГЕНТЫ, РАСТВОРЫ, ПОСУДА И ПРИБОРЫ

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10%; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 25%; готовят по ГОСТ 4517.

Серебро азотнокислое (серебра нитрат) по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1,7%.

Раствор, содержащий Cl⁻; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ Cl⁻.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага индикаторная универсальная.

Колбы Кн-1—50(100)—14/23(19/26; 24/29; 29/32), Кн-2—50(100)—18(22; 34) ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2—25(50)—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770.

Пипетки 6(7)—2—5(10; 25), 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 29227.

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или другой с аналогичными метрологическими характеристиками или спектрофотометр.

Разд. 1б. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

1. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1.1. Фототурбидиметрический метод

1.2. Определение по способу 1

1.1, 1.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2.1. Построение градиуровочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая помещают растворы, содержащие 0,010; 0,025; 0,050; 0,075 мг Cl⁻, доводят объемы раствора водой до 15 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий Cl⁻.

В каждый раствор прибавляют 1,0 см³ раствора азотной кислоты, 1,0 см³ раствора нитрата серебра, перемешивают, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

Через 20 мин (после выдержки в темноте) оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору при длине волны 390—410 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градиуровочный график.

1.2.2. Проведение анализа

15 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, прибавляют 1,0 см³ раствора азотной кислоты и 1,0 см³ раствора нитрата серебра, перемешивая раствор после прибавления каждого реагента, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Растворы выдерживают в темном месте и через 20 мин оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно так

же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу хлоридов в анализируемом растворе в миллиграммах.

П р и м е ч а н и е. Допускается применять 2 см³ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

1.2.1, 1.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.2.3. При анализе окрашенных неорганических солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию, определение проводят с тем изменением, что в качестве контрольного раствора применяют раствор, содержащий 15 см³ анализируемого раствора, 1,0 см³ раствора азотной кислоты и 9,0 см³ воды.

1.2.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 1.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представлена в табл. 1.

Таблица 1

Масса хлоридов, мг	Допускаемое расхождение (относительно определяемой массы хлоридов), %	Допускаемая суммарная погрешность (относительно определяемой массы хлоридов), %
От 0,010 до 0,025 включ.	25	±30
Св. 0,025 » 0,075 »	10	±10

1.2.3, 1.2.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2.5. (Исключен, Изм. № 2).

1.3. Определение по способу 2

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая помещают растворы, содержащие 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125; 0,150; 0,175; 0,200 мг Cl, доводят объемы растворов водой до 40 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий Cl.

В каждый раствор прибавляют 2,0 см³ раствора азотной кислоты, 1,0 см³ раствора нитрата серебра, перемешивают, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

Растворы выдерживают в темноте и через 20 мин оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору при длине волны 480—490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм или 100 мм.

Измерение оптической плотности растворов, содержащих 0,010—0,050 мг Cl, проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 100 мм, содержащих свыше 0,050 до 0,200 мг Cl — в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

1.3.2. Проведение анализа

40 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³; прибавляют 2,0 см³ раствора азотной кислоты, 1,0 см³ раствора нитрата серебра, перемешивая раствор после прибавления каждого реагента, доводят объем раствора водой до 50 см³ и перемешивают.

Раствор выдерживают в темноте и через 20 мин оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу хлоридов в анализируемом растворе в миллиграммах.

П р и м е ч а н и е. — Допускается применять 2 см³ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

1.3.1, 1.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.3.3. При анализе окрашенных неорганических солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию, определение проводят с тем изменением, что в качестве контрольного ра-

С. 4 ГОСТ 10671.7-74

створа применяют раствор, содержащий 40 см^3 анализируемого раствора, $2,0 \text{ см}^3$ раствора азотной кислоты и $8,0 \text{ см}^3$ воды.

1.3.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 2.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представлена в табл. 2.

Таблица 2

Масса хлоридов, мг	Допускаемое расхождение (относительно определяемой массы хлоридов), %	Допускаемая суммарная погрешность (относительно определяемой массы хлоридов), %
От 0,010 до 0,025 включ.	30	± 30
Св 0,025 » 0,050 »	20	± 30
» 0,050 » 0,100 »	20	± 30
» 0,100 » 0,175 »	20	± 20
» 0,175 » 0,200 »	20	± 25

1.3.3, 1.3.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3.5. (Исключен, Изм. № 2).

1.4. Визуально-нефелометрический метод

Определение по способу 1

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.4.1. Навеску анализируемого реактива помещают в коническую колбу и растворяют в $10-15 \text{ см}^3$ воды. После растворения к нейтральному по универсальной индикаторной бумаге раствору добавляют $1,0 \text{ см}^3$ раствора азотной кислоты и $1,0 \text{ см}^3$ раствора нитрата серебра, объем раствора доливают водой до $20,0 \text{ см}^3$ и перемешивают.

Одновременно таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в том же объеме массу хлоридов, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реагент и те же объемы растворов реагентов.

Сравнение интенсивности опалесценции анализируемого раствора и раствора сравнения проводят после выдержки в течение 20 мин в темном месте, если в нормативно-технической документации на анализируемый реагент нет других указаний.

1.4.1а. Определение по способу 2

Навеску анализируемого реагента помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в 30 см^3 воды. После растворения к нейтральному по универсальной индикаторной бумаге раствору добавляют $2,0 \text{ см}^3$ раствора азотной кислоты, $1,0 \text{ см}^3$ раствора нитрата серебра, объем раствора доливают водой до 40 см^3 , перемешивают, а далее анализ проводят, как указано в п. 1.4.1.

1.4.1, 1.4.1а. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.4.2, 1.4.3. (Исключен, Изм. № 2).

Разд. 2. (Исключен, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ. (Исключено, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 05.08.74 № 1885
3. ВЗАМЕН ГОСТ 10671-63 в части разд. XIII — XV
4. Стандарт содержит все требования стандарта СЭВ 1432-78
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1277-75	Разд. 1б	ГОСТ 6709-72	Разд. 1б
ГОСТ 1770-74	Разд. 1б	ГОСТ 10164-75	Разд. 1б
ГОСТ 3760-79	Разд. 1б	ГОСТ 25336-82	Разд. 1б
ГОСТ 4212-76	Разд. 1б	ГОСТ 27025-86	1а.1
ГОСТ 4461-77	Разд. 1б	ГОСТ 29227-91	Разд. 1б
ГОСТ 4517-87	Разд. 1б		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)
7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1980 г., октябре 1988 г. (ИУС 5-80, 1-89)