

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

**ГОСТ**  
**10671.1—**  
**2016**

---

## **РЕАКТИВЫ**

### **Метод определения примеси кремнекислоты**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2019

## Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|-----------------------------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| Армения                                             | AM                                 | Минэкономики Республики Армения                                 |
| Киргизия                                            | KG                                 | Кыргызстандарт                                                  |
| Россия                                              | RU                                 | Росстандарт                                                     |
| Украина                                             | UA                                 | Минэкономразвития Украины                                       |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2016 г. № 1599-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.1—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 В настоящем стандарте реализовано положение (раздел 8) международного стандарта ISO 6353-1:1982 «Reagents for chemical analysis — Part 1: General test methods» (ИСО 6353-1:1982 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.1—74

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

© Стандартиформ, оформление, 2016, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## РЕАКТИВЫ

## Метод определения примеси кремнекислоты

Reagents. Method for determination of silica impurity

Дата введения — 2018—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает метод определения примеси кремнекислоты в неокрашенных растворах реактивов по окраске молибденовой сини с применением в качестве восстановителя:

- железа (II) аммония сульфата гексагидрата (соль Мора) — способ 1;
- метола — способ 2;
- 2-водного хлорида олова (II), после экстракции в органическую фазу — способ 3;
- 2-водного хлорида олова (II) — способ 4.

Стандарт не распространяется на соединения кремния, серебра и фторидов.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6006 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 6016 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6259 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 10671.0 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия\*

ГОСТ 22180 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 24147 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

\* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

ГОСТ 25664 Метол (4-метиламинофенол сульфат). Технические условия

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

**Примечание** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации ([www.easc.by](http://www.easc.by)) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 10671.0.

3.2 Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.3 Масса кремнекислоты в навеске анализируемого реактива должна быть:

- 0,005—0,050 мг при определении по способу 1;

- 0,010—0,100 мг при определении по способу 2;

- 0,010—0,050 мг при определении по способу 3.

3.4 Масса примеси фосфатов в навеске анализируемого реактива не должна превышать 0,5 мг.

3.5 Применяемый способ и необходимые условия определения предусматривают в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

3.6 Фотометрические определения проводят на фотоэлектроколориметрах или спектрофотометрах при соответствующих длинах волн. При разногласиях в оценке массовой доли кремнекислоты определение проводят на спектрофотометре.

3.7 При визуальном определении, кроме способа 4, готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси кремнекислоты соответствует норме, во втором составляет половину нормы, в третьем — две нормы. Если масса кремнекислоты в растворах сравнения (половина нормы или две нормы) не укладывается в пределы, установленные в 3.3, то для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

### 4 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Иономер, предназначенный для измерения активности ионов водорода (pH).

Баня водяная.

Бюретка 2-1-2-10-0,05 по ГОСТ 29251.

Воронка ВД-1(2)—100 или ВД-3—100 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2—25(50)—2, 2—100(1000)—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—50(100)—22(34) по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-1-2(5,10,20,25) по ГОСТ 29169.

Цилиндр 2(4)—50(25)—2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий диоксида углерода; готовят по ГОСТ 4517. Допускается применять аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147, осч. 25—5.

Аммоний гептамолибдат (VI) 4-водный для акрилонитрила или аммоний молибденовоокислый 4-водный по ГОСТ 3765, х. ч., раствор в серной кислоте с массовой долей 5 % (готовят по ГОСТ 4517) и раствор с массовой долей 2 %.

Буферный раствор с pH ( $1,2 \pm 0,2$ ) готовят следующим образом: 1,86 г хлористого калия и 6,2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в

воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Контроль pH проводят на универсальном иономере.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Калий дисульфит (калий сернистоокислый пиро).

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с массовой долей 5 %, 20 % и 40 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и растворы с массовой долей 20 % и 0,4 %.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор с массовой долей 6 %.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 27 %; готовят по ГОСТ 4517.

Олово (II) хлорид 2-водное, раствор молярной концентрации с  $(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 0,30 г 2-водного хлорида олова (II) растворяют в 100 см<sup>3</sup> глицерина.

*n*-Нитрофенол (индикатор), раствор с массовой долей 0,2 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Пентаметоксикрасный (индикатор), раствор в метаноле с массовой долей 0,1 % или тропеолин 00 (индикатор), раствор с массовой долей 0,04 %.

Раствор массовой концентрации кремнекислоты  $\text{SiO}_2$  1 мг/см<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup>  $\text{SiO}_2$ . Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

Реактив А; готовят следующим образом: 5,00 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 5 % в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> и перемешивают. Раствор годен в течение 4 сут.

Реактив Б; готовят следующим образом: 0,20 г метола растворяют в 80 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 20,00 г дисульфита калия, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Раствор годен в течение 4 сут.

Железо (II) аммония-сульфат гексагидрат (соль Мора), раствор с массовой долей 10 % в серной кислоте; готовят по ГОСТ 4517.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006 или спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

## 5 Определение по способу 1

### 5.1 Фотометрическое определение

#### 5.1.1 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая помещают раствор\*, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг  $\text{SiO}_2$ , доводят объемы растворов водой до 20 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий  $\text{SiO}_2$ .

В каждый раствор прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, 1 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 5 % в серной кислоте и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> раствора соли Мора, перемешивая растворы после прибавления каждого реактива, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к контрольному раствору при длине волны 650—670 нм или на спектрофотометре при длине волны 810 нм, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

#### 5.1.2 Проведение анализа

20 см<sup>3</sup> нейтрального анализируемого раствора (в случае необходимости нейтрализации анализируемого раствора применяют раствор серной кислоты с массовой долей 20 % или раствор аммиака в присутствии одной-двух капель раствора *n*-нитрофенола помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, 1 см<sup>3</sup> раствора

\* Массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup>  $\text{SiO}_2$  объемом 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0.

молибденовокислого аммония с массовой долей 5 % в серной кислоте и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты и 0,5 см<sup>3</sup> раствора соли Мора, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Затем доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

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 SiO<sub>2</sub> в анализируемом реактиве в миллиграммах.

Окраска устойчива в течение 6 ч.

### 5.1.3 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 1.

Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений  $d$  и допускаемая относительная суммарная погрешность  $\Delta$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$  приведены в таблице 1.

Таблица 1

| Найденная масса кремнекислоты, мг | $d$ , мг | $\Delta$ , % |
|-----------------------------------|----------|--------------|
| От 0,005 до 0,010 включ.          | 0,002    | $\pm 30$     |
| Св. 0,010 » 0,030 »               | 0,003    | $\pm 15$     |
| » 0,030 » 0,050 »                 | 0,004    | $\pm 10$     |

## 5.2 Визуальное определение

Визуальное определение проводят в цилиндрах с пришлифованными пробками или конических колбах с метками.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по 3.7. При этом наблюдаемая окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу кремнекислоты в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативном документе или технической документации норме на анализируемый реактив, и те же количества реактивов, что при фотометрическом определении.

## 6 Определение по способу 2

### 6.1 Фотометрическое определение

#### 6.1.1 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> каждая помещают раствор\*, что соответствует 0,010; 0,020; 0,050; 0,075 и 0,100 мг SiO<sub>2</sub>. Доводят объемы растворов до 15 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий SiO<sub>2</sub>.

В каждый раствор прибавляют 1 см<sup>3</sup> реактива А и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты, 1 см<sup>3</sup> реактива Б, перемешивая растворы после прибавления каждого реактива, доводят объем раствора водой до метки и помещают на 20 мин в водяную баню с температурой  $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$ , затем охлаждают до комнатной температуры.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к контрольному раствору при длине волны 650—700 нм или на спектрофотометре при длине волны 810 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

\* Массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> SiO<sub>2</sub> объемом 1,0; 2,0; 5,0; 7,5 и 10,0 см<sup>3</sup>.

### 6.1.2 Проведение анализа

15 см<sup>3</sup> нейтрального анализируемого раствора [в случае необходимости нейтрализации анализируемого раствора применяют раствор серной (соляной) кислоты с массовой долей 20 % или раствор аммиака в присутствии одной-двух капель раствора *n*-нитрофенола или по лакмусовой бумаге] помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> реактива А и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты и 1 см<sup>3</sup> реактива Б, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Затем доводят объем раствора водой до метки и помещают на 20 мин в водяную баню с температурой (60 ± 2) °С, после чего охлаждают до комнатной температуры.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно так же, как при построении градуировочного графика. По полученной оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу SiO<sub>2</sub> в анализируемом реактиве в миллиграммах.

### 6.1.3 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 2.

Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений *d* и допускаемая относительная суммарная погрешность  $\Delta$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$  приведены в таблице 2.

Таблица 2

| Найденная масса кремнекислоты, мг | <i>d</i> , мг | $\Delta$ , % |
|-----------------------------------|---------------|--------------|
| От 0,010 до 0,030 включ.          | 0,005         | ±25          |
| Св. 0,030 » 0,100 »               | 0,010         | ±10          |

## 6.2 Визуальное определение

Визуальное определение проводят в цилиндрах с пришлифованными пробками или конических колбах с метками.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по 3.7. При этом наблюдаемая окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу кремнекислоты в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативном документе или технической документации норме на анализируемый реактив, и те же количества реактивов, что при фотометрическом определении.

## 7 Определение по способу 3

### 7.1 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в делительные воронки помещают раствор\*, что соответствует 0,010; 0,025; 0,050 мг SiO<sub>2</sub> (рН 8—9). Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий SiO<sub>2</sub>. В каждый раствор прибавляют из бюретки раствор соляной кислоты до рН 1,4 (необходимый объем раствора соляной кислоты определяют в отдельной пробе анализируемого раствора титрованием раствором соляной кислоты в присутствии одной-двух капель раствора пентаметоксикрасного или тропеолина 00) и доводят объем растворов водой до 35 см<sup>3</sup> (расчет добавляемого объема воды проводят по разности). Далее в каждый раствор прибавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 2 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 2 % и перемешивают. Через 15 мин прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 40 %, перемешивают, прибавляют 10 см<sup>3</sup> бутанола-1 или изобутилового спирта, интенсивно встряхивают в течение 1 мин и выдерживают в течение 2 мин для расслоения. Водный слой сливают в другую делительную воронку и вновь экстрагируют 5 см<sup>3</sup> бутанола-1 или изобутилового спирта. Водный слой снова сливают, а органические слои объединяют и выдерживают в течение 5 мин для расслоения. Водный слой сливают, а органический помещают в мерную

\* Массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> SiO<sub>2</sub> объемом 1,0; 2,5 и 5,0 см<sup>3</sup>.

колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Делительную воронку дважды промывают минимальным объемом бутанола-1 или метанола, сливая в ту же мерную колбу. К содержимому мерной колбы прибавляют 4 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 40 % и две капли раствора 2-водного хлорида олова (II), перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Затем доводят объем раствора бутанолом-1 или метанолом до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при максимальной длине волны 730 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

## 7.2 Проведение анализа

Слабощелочной анализируемый раствор (рН 8—9) помещают в делительную воронку, прибавляют из бюретки раствор соляной кислоты до рН 1,4 (необходимый объем раствора соляной кислоты определяют в отдельной пробе анализируемого раствора титрованием раствором соляной кислоты в присутствии одной-двух капель раствора пентаметоксикрасного или тропеолина 00), доводят объем раствора водой до 35 см<sup>3</sup> (расчет добавляемого объема воды проводят по разности), прибавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 2 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 2 % и перемешивают. Через 15 мин прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 40 %, перемешивают, прибавляют 10 см<sup>3</sup> бутанола-1 или изобутилового спирта, интенсивно встряхивают в течение 1 мин и выдерживают в течение 2 мин для расслоения. Водный слой сливают в другую делительную воронку и вновь экстрагируют 5 см<sup>3</sup> бутанола-1 или изобутилового спирта. Водный слой снова сливают, а органические слои объединяют и выдерживают в течение 5 мин для расслоения. Водный слой сливают, а органический — помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Делительную воронку дважды промывают минимальным объемом бутанола-1 или метанола, сливая в ту же мерную колбу. К содержимому мерной колбы прибавляют 4 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 40 % и две капли раствора 2-водного хлорида олова (II), перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Затем доводят объем раствора бутанолом-1 или метанолом до метки и перемешивают. При наличии эмульсии прибавляют несколько капель этилового спирта.

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 SiO<sub>2</sub> в анализируемом реактиве в миллиграммах.

## 7.3 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, приведенного в таблице 3.

Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений  $d$  и допускаемая относительная суммарная погрешность  $\Delta$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$  приведены в таблице 3.

Таблица 3

| Найденная масса кремнекислоты, мг | $d$ , мг | $\Delta$ , % |
|-----------------------------------|----------|--------------|
| От 0,010 до 0,015 включ.          | 0,003    | ±80          |
| Св. 0,015 » 0,025 »               | 0,003    | ±30          |
| » 0,025 » 0,050 »                 | 0,003    | ±20          |

## 8 Определение по способу 4

### 8.1 Визуально-колориметрический метод

Известный объем анализируемого раствора смешивают с 4,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 5 % и 1 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 10 %. Через 5 мин

добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты с массовой долей 5 % и еще через 5 мин добавляют 0,2 см<sup>3</sup> солянокислого раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 %. Сравнивают интенсивность синей окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего раствора сравнения, содержащего кремнекислоту.

## 8.2 Растворы, используемые при анализе

Для приготовления растворов используют дистиллированную или деминерализованную воду.

## 8.3 Основной раствор сравнения

Раствор, содержащий кремнекислоту, готовят следующим образом: 1,00 г кремниевой кислоты, прокаленной при 900 °С, растворяют в 8 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с массовой долей 27 %, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г SiO<sub>2</sub>.

## 8.4 Разбавленные растворы сравнения

Разбавленные растворы сравнения I, II и III готовят непосредственно перед использованием путем разбавления основного раствора сравнения (8.3) в мерных колбах соответствующей вместимости, причем точное соотношение объемов должно составлять 1/10, 1/100 и 1/1000 соответственно.



Редактор *Н.Е. Рагузина*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *Р.А. Ментова*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 27.03.2019. Подписано в печать 11.04.2019. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,27.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

