

Группа Л59

Изменение № 2 ГОСТ 10671.1—74 Реактивы. Метод определения содержания примеси кремнекислоты

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.06.89 № 1545

Дата введения 01.01.90

Стандарт дополнить индексом: УДК 54—41: 543.06: 006.354.

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2609.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово «содержания»; заменить слово: «методы» на «метод»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «с применением в качестве восстановителя 2-водного хлорида олова (II), после экстракции в органическую фазу — способ 3»;

последний абзац исключить.

Пункты 1а.1, 1а.2 изложить в новой редакции: «1а.1. Общие указания и требования к методам анализа — по ГОСТ 27025—86 и ГОСТ 10671.0—74.

При взвешивании 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 и ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

(Продолжение см. с. 186)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10671.1—74).

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

1a.2. Масса навески анализируемого реагента, проведение предварительной обработки ее, масса кремнекислоты в растворах сравнения, соответствующая норме, должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реагент».

Пункт 1a.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Масса кремнекислоты в навеске анализируемого реагента должна быть:

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

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

0,010—0,100 мг при определении по способу 3».

Пункты 1a.4, 1a.7 изложить в новой редакции: «1a.4. Масса примеси фосфатов в навеске анализируемого реагента не должна превышать 0,5 мг.

1a.7. Применяемый способ и необходимые условия определения предусматриваются в нормативно-технической документации на анализируемый реагент».

Пункт 1a.8 дополнить словами: «При разногласиях в оценке массовой доли кремнекислоты определение проводят на спектрофотометре».

Пункт 1a.9. Заменить слова: «примесь анализируемого аниона» на «примесь кремнекислоты».

Пункт 1a.11. Заменить слова: «примесей анионов» на «примеси кремнекислоты».

Раздел 1a дополнить пунктом — 1a.12: «1a.12. При визуальном определении готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси кремнекисло-

(Продолжение см. с. 187)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10671.1—74)

ты соответствует норме, во втором составляет 0,5 нормы, в третьем — 2 нормы. Если масса кремнекислоты в растворах сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, установленные в п. 1а.3, то эти растворы не готовят.

Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

Раздел 1. Нанменование изложить в новой редакции: «1. Аппаратура, реактивы и растворы»;

дополнить абзацами (перед первым): «Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Бюretка 1(2)—2—10—0,05 по ГОСТ 20292—74.

Воронка ВД-1(2)—100 или ВД-3—100 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы 2—25(50)—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—50(100)—22(34) по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10), 6(7)—2—25 и 2(3)—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 2(4)—50(25) по ГОСТ 1770—74»;

первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—87. Допускается применять аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80, ос. ч. 25—5.

Аммоний гентамолибдат (VI) 4-водный для акрилонитрила (аммоний молибденовокислый) или аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч., раствор в серной кислоте с массовой долей 5 % (готовят по ГОСТ 4517—87) и раствор с массовой долей 2 %»;

третий абзац исключить;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Буферный раствор ($\text{pH } 1,2 \pm 0,2$) готовят следующим образом: 1,86 г хлористого калия и 6,2 см³ концентрированной соляной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Контроль pH проводят на универсальном иономере»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Калий дисульфит (калий сернистокислый пиро)»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы с массовой долей 5,20 и 40 %; готовят по ГОСТ 4517—87»; десятый абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор с массовой долей 0,4 %»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «6%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 6 %»;

тринадцатый — шестнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664—83.

Олово (II) хлорид 2-водное, раствор готовят следующим образом: 0,30 г 2-водного хлорида олова (II) растворяют в 100 см³ глицерина.

n-Нитрофенол, раствор с массовой долей 0,2 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Пентаметоксикрасный, индикатор, раствор в метаноле с массовой долей 0,1 % или тропеолин 00, индикатор, раствор с массовой долей 0,04 %; восемнадцатый, девятнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Реактив А, готовят следующим образом: 5,00 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 5 % в мерной колбе вместимостью 100 см³ и перемешивают. Раствор годен в течение 4 сут.

Реактив Б, готовят следующим образом: 0,20 г метола растворяют в 80 см³ воды, в мерной колбе вместимостью 100 см³ прибавляют 20,00 г дисульфита калия, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Раствор годен в течение 4 сут»;

двадцатый абзац. Заменить слова: «10%-ный раствор в серной кислоте, готовят по ГОСТ 4517—75» на «раствор с массовой долей 10 % в серной кислоте, готовят по ГОСТ 4517—87»;

(Продолжение см. с. 188)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10671.1—74)

дополнить абзацем: «Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87, высший сорт».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.1а (перед п. 2.1): «2.1а. Фотометрическое определение».

Пункт 2.1. Третий абзац. Заменить слова: «20 %-ного раствора серной кислоты, 1 см³ раствора молибденокислого аммония» на «раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, 1 см³ раствора молибденокислого аммония с массовой долей 5 %».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «20 см³ нейтрального анализируемого раствора (в случае необходимости нейтрализации анализируемого раствора применяют раствор серной кислоты с массовой долей 20 % или раствор амиака в присутствии 1—2 капель раствора *n*-нитрофенола) помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 0,5 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, 1 см³ раствора молибденокислого аммония с массовой долей 5 % и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 см³ раствора щавелевой кислоты и 0,5 см³ раствора соли Мора, перемешивая раствор после прибавления каждого реагента. Затем доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают»;

второй абзац. Заменить слова: «содержание кремнекислоты» в анализируемом реагенте» на «массу SiO₂ в анализируемом реагенте в миллиграммах»;

Пункты 2.3, 2.4 изложить в новой редакции: «2.3. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений (*d*) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P=0,95$ приведены в табл. 1.

Таблица 1

Найденная масса кремнекислоты, мг	<i>d</i> , мг	Δ , %
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	±30
Св. 0,010 » 0,030 »	0,003	±15
» 0,030 » 0,050 »	0,004	±10

2.4. 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 п. 1а.12. 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 нормативно-технической документации норме на анализируемый реагент, и те же количества реагентов, что при фотометрическом определении».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Фотометрическое определение».

Пункт 3.1. Последний абзац исключить.

Пункт 3.2. Первый абзац до слов «прибавляют 1 см³ реагента А» изложить в новой редакции: «15 см³ нейтрального анализируемого раствора (в случае необходимости нейтрализации анализируемого раствора применяют раствор серной (соляной) кислоты с массовой долей 20 % или раствор амиака в присутствии 1—2 капель раствора *n*-нитрофенола или по лакмусовой бумаге) помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 25 см³»;

последний абзац. Заменить слова: «содержание кремнекислоты в анализируемом реагенте» на «массу SiO₂ в анализируемом реагенте в миллиграммах».

Пункты 3.3, 3.4 изложить в новой редакции: «3.3. Абсолютные допускаемые

(Продолжение см. с. 189)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10671.1—74)

расхождения между результатами двух параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P=0,95$ приведены в табл. 2.

Таблица 2

Найденная масса кремнекислоты, мг	d , мг	Δ , %
От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	± 25
Св. 0,030 » 0,100 »	0,010	± 10

3.4. 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 п. 1а.12. 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 нормативно-технической документации норме на анализируемый реагент, и те же количества реагентов, что и при фотометрическом определении».

Пункт 4.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Готовят растворы сравнения. Для этого в делительные воронки помещают растворы, содержащие 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 мг SiO_2 (рН 8—9). Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий SiO_2 . 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 1—2 капель раствора пентаметоксикрасного или тропеолина 00) и доводят объем растворов водой до 35 см³ (расчет добавляемого объема воды проводят по разности). Далее с каждым раствором поступают следующим образом: прибавляют 5 см³ буферного раствора, 2 см³ раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 2 % и перемешивают. Через 15 мин прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 40 %, перемешивают, прибавляют 10 см³ 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 см³ 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 см³. Делительную воронку дважды промывают минимальным объемом бутанола-1 или метанола, сливая в ту же мерную колбу. К содержимому мерной колбы прибавляют 4 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 40 % и две капли раствора 2-водного хлорида олова (II), перемешивая раствор после прибавления каждого реагента. Затем доводят объем раствора бутанолом-1 или метанолом до метки и перемешивают»;

второй абзац. Заменить слово: «или» на «при».

Пункт 4.2. Наименование. Заменить слово: «анализа» на «испытания»; первый абзац изложить в новой редакции: «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 1—2 капель раствора пентаметоксикрасного или тропеолина 00), доводят объем раствора водой до 35 см³ (расчет добавляемого объема воды проводят по разности), прибавляют 5 см³ буферного раствора, 2 см³ раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 2 % и перемешивают. Через 15 мин прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 40 %, перемешивают, прибавляют 10 см³ 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

(Продолжение см. с. 190)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10671.1—74)

вонку и вновь экстрагируют 5 см³ 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 см³. Делительную воронку дважды промывают минимальным объемом бутанола-1 или метанола, сливая в ту же мерную колбу. К содержимому мерной колбы прибавляют 4 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 40 % и две капли раствора 2-водного хлорида олова (II), перемешивая раствор после прибавления каждого реагента. Затем доводят объем раствора бутанолом-1 или метанолом до метки и перемешивают. При наличии эмульсии прибавляют несколько капель этилового спирта»;

последний абзац. Заменить слова: «содержание кремнекислоты в анализируемом реактиве» на «массу SiO₂ в анализируемом реактиве в миллиграммах».

Пункт 4.3 изложен в новой редакции: «4.3. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений (*d*) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P=0,95$ приведены в табл. 3.

Таблица 3

Найденная масса кремнекислоты, мг	<i>d</i> , мг	Δ , %
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
> 0,050 > 0,100 >	0,003	+10 —50

Приложение исключить.

(ИУС № 9 1989 г.)