



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.  
SpecificationsГОСТ  
9428—73

ОКП 26 1122 0040 02

Дата введения 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:  $\text{SiO}_2$ .

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. 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.

Издание официальное

Перепечатка воспроизведена



© Издательство стандартов, 1973

© Издательство стандартов, 1993

Переиздание с изменениями

| Наименование показателя  | Норма   |                                       |
|--|---|---------------------------------------|
|  | Чистый для анализа<br>(ч. д. а.)<br>ОКП 26 1122 0042 00 | Чистый<br>(ч.)<br>ОКП 26 1122 0041 01 |
| 1. Массовая доля оксида кремния (IV) (SiO <sub>2</sub> ), %, 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 <sub>3</sub> ), %, не более                      | 0,002   | 0,005                                 |
| 5. Массовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, 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 реактивов 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 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 0,25 см<sup>3</sup> серной кислоты, 10 см<sup>3</sup> 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 реактивов, 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  $P=0,95$ .

#### С. 4 ГОСТ 9428—73

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 допустимое 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 реактивов, 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 допустимое 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 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336—82), прибавляют 20 см<sup>3</sup> воды и ставят метку. Колбу помещают на водяную 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 см<sup>3</sup> полученного фильтрата (соответствует 0,5 г препарата) помещают пипеткой (ГОСТ 20292—74) в выпарительную чашку вместимостью 25 см<sup>3</sup> (ГОСТ 9147—80) и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток количественно переносят 10 см<sup>3</sup> горячей воды в коническую колбу, охлаждают и далее определение проводят методом с применением индигокармина.

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 NO<sub>3</sub>,

для препарата чистый — 0,025 мг NO<sub>3</sub>,

1 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, 1 см<sup>3</sup> индигокармина, 12 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 50 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, отбрасывая первую порцию фильтрата.

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

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

для препарата чистый для анализа — 0,075 мг SO<sub>4</sub>, 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 3 см<sup>3</sup> раствора крахмала и 3 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> (вместо 40 см<sup>3</sup>).

При этом 1,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 60 см<sup>3</sup> воды, 3 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, отбрасывая первую порцию фильтрата.

42 см<sup>3</sup> полученного фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают цилиндром в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> 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 Сl,

для препарата чистый — 0,05 мг Сl,

2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (тигель накрывают часовым стеклом). Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают — раствор А. Если раствор мутный, его фильтруют.

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

10 см<sup>3</sup> раствора А (соответствуют 0,4 г препарата) и 10 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая, прибавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют по 5 см<sup>3</sup> 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 тиацетамидным методом. Анализ заканчивают фотометрически или визуально. При этом 0,50 г препарата помещают в платиновый тигель (ГОСТ 6563—75), смачивают 0,5 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 0,1 см<sup>3</sup> серной кислоты (ГОСТ 4204—77), 3 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) с массовой долей 25 %, накрыв тигель часовым стеклом; раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора 4-водного винно-кислого калия-натрия, перемешивают, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до рН 7 по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), прибавляют 2 см<sup>3</sup> избытка раствора гидроокиси натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора тиацетамида, 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 раздражающе 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/м<sup>3</sup>.

**(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,<br>на который дана<br>ссылка | Номер пункта  | Обозначение НТД,<br>на который дана<br>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                                 | 3.1a         |

## 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