

РЕАКТИВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТКА ПОСЛЕ ПРОКАЛИВАНИЯ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2008

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**РЕАКТИВЫ****Определение остатка после прокаливания****ГОСТ
27184—86**

Reagents. Determination of residue on ignition

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609Дата введения **01.01.87**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения остатка после прокаливания в неорганических и органических реактивах.

Метод применяется при норме остатка после прокаливания в испытуемом реактиве не более 1 %.

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. Навеску испытуемого реактива, а также применяемую посуду указывают в нормативно-технической документации на испытуемый реактив, причем навеску испытуемого реактива устанавливают так, чтобы масса полученного после прокаливания остатка была не менее 0,001 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Испытуемый реактив перед взвешиванием, в случае необходимости, измельчают.

1.3. Навеску испытуемого реактива взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака).

1.4. Прокаливание проводят в муфельной печи при температуре 700—800 °С до постоянной массы (не менее 1—2 ч), если в нормативно-технической документации на испытуемый реактив нет других указаний.

В случае большого объема навески испытуемого реактива прокаливание проводят по частям.

1.5. Если прокаленный остаток способен поглощать влагу, взвешивание пустого тигля и тигля с остатком после прокаливании проводят, закрыв тигель крышкой или поместив его в стаканчик для взвешивания (ГОСТ 25336).

1.3—1.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.6. Остаток после прокаливании охлаждают и выдерживают в эксикаторе 40 мин над плавленым хлористым кальцием, силикагелем или другим осушителем.

1.7. Для контроля постоянства массы остатка после прокаливании проводят повторное прокалывание тигля с остатком в течение 30 мин с последующим взвешиванием его.

1.8. Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М.

Допускается применение других весов с метрологическими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОСТАТКА ПОСЛЕ ПРОКАЛИВАНИЯ**2.1. Реактивы и растворы**

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

2.2. Проведение определения

Навеску испытуемого реактива помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака) фарфоровый (ГОСТ 9147), кварцевый (ГОСТ 19908) или платиновый (ГОСТ 6563) тигель, распределяя навеску равномерно по дну тигля. Затем осторожно нагревают, доводя ее сначала до сгорания или улетучивания при возможно низкой температуре. Сжигание оставшихся частичек угля также проводят при возможно низкой температуре и лишь после почти полного их сгорания увеличивают температуру до указанной в настоящем стандарте или в нормативно-технической документации на испытуемый реактив.

Прокаливание проводят до постоянной массы. Если полученный остаток содержит еще некоторое количество обуглившихся включений, его смачивают 2 см³ раствора азотнокислого аммония, выпаривают жидкость на водяной бане и вновь прокаливают.

Остаток охлаждают и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака).

2.3. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов

Навеску испытуемого реактива помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака) фарфоровый, кварцевый или платиновый тигель, распределяя навеску равномерно по основанию тигля, смачивают 0,5—1 см³ серной кислоты и осторожно нагревают в пламени горелки или на песчаной бане до удаления паров серной кислоты. При необходимости навеску реактива в фарфоровом, кварцевом или платиновом тигле осторожно нагревают до обугливания или удаления основной массы реактива, а затем полученный остаток смачивают 0,5—1 см³ серной кислоты и осторожно нагревают до удаления паров серной кислоты. Затем прокаливают до постоянной массы. Если полученный остаток содержит еще некоторое количество обуглившихся включений, то его смачивают 2 см³ раствора азотнокислого аммония и 0,5 см³ серной кислоты, упаривают жидкость на водяной бане и вновь прокаливают. Остаток охлаждают и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака).

2.1—2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Массовую долю остатка после прокаливания и остаток после прокаливания в виде сульфатов (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески испытуемого реактива, г;

m_1 — масса остатка после прокаливания, г.

Примечание. В случае необходимости вводят поправку на массу остатка после прокаливания, определенного по контрольному опыту с теми же количествами серной кислоты и азотнокислого аммония.

3.2. За результат определения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля остатка после прокаливания	Допускаемое расхождение между параллельными определениями
До 0,01 %	30 % меньшего результата
От 0,01 до 0,1 %	20 % меньшего результата
» 0,1 » 1 %	10 % меньшего результата

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. (Исключены, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности
2. Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.12.86 № 4390 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 434—77 введен непосредственно в качестве государственного стандарта СССР с 01.01.87
3. В стандарт введен МС ИСО 6353-1—82 (пп. 5.15, 5.16)
4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 9147—80	2.2
ГОСТ 19908—90	2.2
ГОСТ 22867—77	2.1
ГОСТ 25336—82	1.5
ГОСТ 27025—86	1.8

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)
7. ИЗДАНИЕ (май 2008 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1990 г. (ИУС 6—90)