Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# РЕАКТИВЫ

## Методы определения примеси сульфатов

Reagents. Methods for the determination of sulfates

**ГОСТ 10671.5—74**

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

**Дата введения 01.07.75**

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

Методы основаны на образовании опалесценции сульфата бария при взаимодействии ионов бария и сульфата.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## 1а. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

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

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1а.2. Масса навески анализируемого реактива, проведение предварительной обработки навески, масса сульфатов в растворах сравнения должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

1а.3. Масса сульфатов в навеске анализируемого реактива должна быть в пределах:

0,01—0,10 мг при определении визуально-нефелометрическим методом (способ 1);

0,02—0,10 мг при определении фототурбидиметрическим методом;

0,05—0,50 мг при определении визуально-нефелометрическим методом (способы 2 и 3).

1а.4. При взвешивании навески анализируемого реактива и навесок реактивов для приготовления растворов, применяемых для анализа, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

1а.2—1а.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1а.5. При необходимости следует проводить контрольный опыт на содержание сульфатов в применяемых для нейтрализации или разложения навески препарата количествах реактивов и в результат определения вводить соответствующую поправку.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

1а.6. Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

Температура растворов перед прибавлением раствора хлорида бария должна быть 20—25 °С. При температуре воздуха ниже 20 °С перед прибавлением раствора хлорида бария необходимо подогреть растворы в водяной бане с температурой 30—35 °С в течение 15 мин.

Раствор хлорида бария следует прибавлять к каждому раствору с одинаковой скоростью из бюретки при тщательном перемешивании.

1а.7. Для фильтрования растворов применяют обессоленные фильтры «синяя лента», промытые горячей водой.

1а.6, 1а.7. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1а.8. При необходимости растворы нейтрализуют растворами аммиака или соляной кислоты по универсальной индикаторной бумаге, если в нормативно-технической документации на анализируемый реактив нет других указаний (проба на вынос).

**Издание официальное** ★ **Перепечатка воспрещена**



gost.e-ecolog.ru

1а.9. При наличии опалесценции в анализируемом растворе определение проводят фототурбидиметрическим методом с введением поправки на значение оптической плотности раствора анализируемого реактива.

1а.8, 1а.9. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1а.10. **(Исключен, Изм. № 2).**

1а.11. При хранении растворов реактивов (если нет указаний об ограничении сроков хранения их) в случае помутнения, образования хлопьев или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

1а.12. Определение примеси сульфатов необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с кислотами и легколетучими солями, содержащими сульфаты.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## 1. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, ПОСУДА И ПРИБОРЫ

Барий хлористый (бария хлорид) по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Калий сернокислый (калия сульфат) по ГОСТ 4145; раствор готовят следующим образом: 0,02 г сульфата калия растворяют в смеси 30,0 $см^3$ этанола и 70,0 $см^3$ воды.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы с массовой долей 10 % и 25 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517 или этиленгликоль по ГОСТ 10164.

Спирт этиловый (этанол) ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Раствор, содержащий $SO_4$; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 $мг/см^3$ $SO_4$.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бюретка 1(2)—2—25(50)—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

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

Пипетки 6(7)—2—5(10; 25); 4(5)—2—1(2); 2—2—20(25) по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1(2)—50 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.

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

Разд.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 2. ВИЗУАЛЬНО-НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

### 2.1. Определение по способу 1

25,0 $см^3$ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в стакан или коническую колбу, прибавляют 1,0 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 $см^3$ раствора крахмала и 3,0 $см^3$ раствора хлорида бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

Одновременно таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфатов, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

Сравнение интенсивности опалесценции анализируемого раствора и раствора сравнения проводят через 30 мин на темном фоне.

Допускается применение 2 $см^3$ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.1.1—2.1.4. **(Исключены, Изм. № 2).**

2.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

**2.3. Определение по способу 2** (с затравкой)

К затравочному раствору, состоящему из 0,25 см³ раствора сульфата калия и 1,0 см³ раствора хлорида бария, прибавляют 20,0 см³ анализируемого раствора, подкисленного 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %.

Одновременно таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфатов, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

Сравнение интенсивности опалесценции анализируемого раствора и раствора сравнения проводят через 10 мин на темном фоне.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

**2.4. Определение по способу 3**

46,0 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1,0 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 3,0 см³ раствора хлорида бария, затем в течение 30 с тщательно перемешивают.

Одновременно таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфатов, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

Сравнение интенсивности опалесценции анализируемого раствора и раствора сравнения проводят через 15 мин на темном фоне.

**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

## 3. ФОТОТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

**3.1. Построение градуировочного графика**

Готовят растворы сравнения. Для этого в конические колбы помещают растворы, содержащие 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг $SO_4$, доливают объемы растворов водой до 25 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий $SO_4$.

В каждый раствор прибавляют 1,0 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 см³ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем прибавляют 3,0 см³ раствора хлорида бария, снова перемешивают в течение 1 мин, а затем перемешивают периодически, через каждые 10 мин.

Через 40 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.

Допускается измерять оптическую плотность растворов при длине волны (400±10) нм. В этом случае оптическую плотность анализируемого раствора следует измерять также при этой же длине волны.

По полученным данным строят градуировочный график.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

**3.2. Проведение анализа**

25,0 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 1,0 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 см³ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем прибавляют 3,0 см³ раствора хлорида бария, снова перемешивают в течение 1 мин, а затем перемешивают периодически, через каждые 10 мин.

Через 40 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 сульфатов в анализируемом растворе в миллиграммах.

Допускается применение 2 см³ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. При анализе окрашенных солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию или прицветку, определение проводят, как описано в п. 3.2, при этом контрольный раствор готовят следующим образом: к 25,0 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируе-

мого раствора прибавляют 1,0 см$^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 см$^3$ раствора крахмала, тщательно перемешивают в течение 1 мин, а затем прибавляют 3,0 см$^3$ воды.

3.4. Определение сульфатов в солях одно- и двухвалентных металлов должно производиться из навесок массой не более 0,50 г (в этом случае влияние ионной силы раствора в условиях определения не сказывается).

3.5. При определении сульфатов в солях трех- и четырехвалентных металлов градуировочный график следует строить по растворам сравнения, содержащим анализируемый реактив без сульфатов, при этом методика его приготовления должна быть изложена в нормативно-технической документации на этот реактив. При использовании градуировочного графика, построенного по п. 3.1, навеска анализируемого реактива должна быть подобрана экспериментально.

3.3—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.6. **(Исключен, Изм. № 2).**

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

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

| Масса сульфатов, мг | Допускаемое расхождение (относительно определяемой массы сульфатов), % | Допускаемая суммарная погрешность (относительно определяемой массы сульфатов), % |
|---|---|---|
| От 0,02 до 0,03 включ. | 25 | ±20 |
| Св. 0,03 » 0,10 » | 25 | ±15 |

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

*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. VII — IX**

**4. Стандарт содержит все требования стандарта СЭВ 1430—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 1770—74 | Разд. 1 | ГОСТ 10163—76 | Разд. 1 |
| ГОСТ 3118—77 | Разд. 1 | ГОСТ 10164—75 | Разд. 1 |
| ГОСТ 4108—72 | Разд. 1 | ГОСТ 18300—87 | Разд. 1 |
| ГОСТ 4145—74 | Разд. 1 | ГОСТ 25336—82 | Разд. 1 |
| ГОСТ 4212—76 | Разд. 1 | ГОСТ 27025—86 | 1а.1 |
| ГОСТ 4517—87 | Разд. 1 | ГОСТ 29227—91 | Разд. 1 |
| ГОСТ 6709—72 | Разд.1 | ГОСТ 29251—91 | Разд. 1 |

**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)**

gost.e-ecolog.ru