Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Метод определения примеси карбонатов

ГОСТ 10671.8—74

Reagents. Method for determination of carbonates

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на неорганические реактивы и устанавливает метод определения примеси карбонатов при содержании их в навеске анализируемого реактива в пределах 0,02—0,10 мг.

Метод основан на предварительной отгонке углекислоты из раствора реактива и последующем взаимодействии ее с раствором бария гидроксида.

Общие требования — по ГОСТ 10671.0. При проведении испытаний должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И АППАРАТУРА

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий углекислоты; готовят по ГОСТ 4517;

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

бария гидроксид (бария гидрат окиси) по ГОСТ 4107, раствор с массовой долей 3,5 %; готовят следующим образом: 3,5 г гидрата окиси бария помещают в колбу вместимостью 250 $см^3$ и прибавляют 96,5 $см^3$ свежеприготовленной и охлажденной дистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой, в которую вставлена трубка с химическим известковым поглотителем, растворяют содержимое при частом встряхивании и оставляют в покое на сутки. После отстаивания прозрачный раствор декантируют в колбу, содержащую небольшое количество бензола или пентана для создания защитного слоя от попадания углекислоты. Если при хранении раствора выделяется осадок, необходимо раствор фильтровать перед каждым употреблением;

бензол по ГОСТ 5955 или пентан;

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517;

м-нитрофенол, раствор готовят по ГОСТ 4919.1;

поглотитель химический известковый ХП-И по ГОСТ 6755;

раствор, содержащий CO_2; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением водой, не содержащей CO_2, готовят раствор, содержащий в 1 $см^3$ 0,01 мг CO_2;

кислота серная по ГОСТ 4204 концентрированная и раствор с массовой долей 20 %;

колба К-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336;

переход П2П-29/32—14/23—14/23 ТС по ГОСТ 25336;

воронка ВК-50ХС по ГОСТ 25336;

каплеуловитель КО-14/23—60 ХС по ГОСТ 25336;

холодильник ХПТ-1—100—14/23 ХС по ГОСТ 25336;

изгиб И$\angle$105° КМ-19/26—14/23 ТС по ГОСТ 25336;

цилиндр 4—100 по ГОСТ 1770;

стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336;

gost.e-ecolog.ru

колба Кн-1(2)—250—19/26 (24/29) ТС по ГОСТ 25336;
пипетка 2—1—5 по ГОСТ 29227;
цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.
Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. Собирают прибор для отгонки, состоящий из круглодонной колбы с капельной воронкой и холодильника с каплеуловителем. В колбу прибора помещают 100 $см^3$ воды, 2 $см^2$ концентрированной серной кислоты и несколько стеклянных бусинок (для равномерного кипения). В качестве приемника сначала применяют стакан, содержащий 50 $см^3$ воды (при этом конец отводной трубки прибора должен быть опущен в воду). Содержимое колбы кипятят в течение 10 мин для удаления углекислоты из системы. Затем, продолжая кипячение, убирают приемник, смывают конец отводной трубки небольшим количеством воды и быстро подставляют новый приемник — мерный цилиндр, содержащий 20 $см^3$ воды и 5 $см^3$ пентана или бензола (в качестве защитного слоя). Необходимо следить за тем, чтобы конец отводной трубки) всегда был погружен в водную фазу раствора.

50 $см^3$ нейтрального анализируемого раствора (в случае необходимости нейтрализации анализируемого раствора применяют раствор серной кислоты с массовой долей 20 % или раствор аммиака, в присутствии 1—2 капель индикатора *м*-нитрофенола) прибавляют в колбу прибора через воронку по каплям во избежание переброса жидкости при непрерывном кипячении, затем таким же образом прибавляют 50 $см^3$ воды. Необходимо следить за тем, чтобы в воронке всегда находился защитный слой пентана или бензола. Перегонка заканчивается, когда объем дистиллята в цилиндре достигнет 100 $см^3$, после чего приемник отсоединяют и быстро закрывают пробкой.

Одновременно с анализируемым раствором готовят раствор сравнения таким же образом в таких же условиях и содержащий, в таком же объеме: количество миллиграммов CO_2, указанное в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

К анализируемому раствору и раствору сравнения прибавляют одновременно по 5 $см^3$ раствора бария гидроксида, следя за тем, чтобы конец пипетки погружался под защитный слой.

Наблюдаемая через 20 мин на темном фоне опалесценция анализируемого раствора не должна быть интенсивнее опалесценции раствора сравнения.

2.2. В случае определения примеси карбонатов в нерастворимых в воде препаратах, навеску препарата смывают в колбу 50 $см^3$ воды.

2.3. Для поглощения CO_2 допускается использовать раствор, содержащий 20 $см^3$ воды и 1 $см^3$ раствора аммиака, к которому затем прибавляют 1 $см^3$ раствора хлорида бария.

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

2.4. Вместо защитного слоя бензола или пентана капельную воронку и приемник допускается закрывать пробками с трубками, наполненными химическим известковым поглотителем.

2.5. Если в технических требованиях на реактив нормы по содержанию карбонатов не установлены, допускается проводить определение качественно — по отсутствию выделения пузырьков CO_2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. Стандарт содержит все требования СТ СЭВ 6023—87

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	Разд. 1	ГОСТ 4919.1—77	Разд.1
ГОСТ 4107—78	Разд. 1	ГОСТ 5955—75	Разд. 1
ГОСТ 4108—72	Разд. 1	ГОСТ 6755—88	Разд. 1
ГОСТ 4204—77	Разд. 1	ГОСТ 10671.0—74	Вводная часть
ГОСТ 4212—76	Разд. 1	ГОСТ 25336—82	Разд. 1
ГОСТ 4517—87	Разд. 1	ГОСТ 27025—86	Вводная часть
		ГОСТ 29227—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 Изменением № 1, утвержденным в октябре 1988 г. (ИУС 1—89)

gost.e-ecolog.ru