ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КРЕМНИЙ (IV) ОКСИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9428—73

Издание официальное

БЗ 6—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.284-31-41(083.74) Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КРЕМНИЙ (IV) ОКСИД

Технические условия

ГОСТ 9428—73

Reagents. Silicon (IV) oxide. Specifications

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: 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 воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1973

© Издательство стандартов, 1993

Переиздание с изменениями

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 1122 0042 00	Чистый (ч.) ОКП 26 1122 0041 01
1. Массовая доля оксида кремния (IV) (SiO_2), %, 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_3), %, не более	0,002	0,005
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, 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°С, охлаждают и взвешивают. Прокаленный остаток смачивают 2 см³ воды, прибавляют 0,25 см³ серной кислоты, 10 см³ 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°С, 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 ±0,15% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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 допускаемое расхождение, равное 10%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±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 допускаемое расхождение, равное 25%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±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 см³ (ГОСТ 25336—82), прибавляют 20 см³ 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 см³ полученного фильтрата (соответствует 0,5 г препарата) помещают пипеткой (ГОСТ 20292—74) в выпарительную чашку вместимостью 25 см³ (ГОСТ 9147—80) и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток количественно переносят 10 см³ 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_3,

для препарата чистый — 0,025 мг NO_3,

1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ индигокармина, 12 см³ 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 см³, прибавляют 50 см³ воды, 2 см³ 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 см³, отбрасывая первую порцию фильтрата.

26 см³ полученного фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) помещают цилиндром в коническую колбу вместимостью 50—100 см³, прибавляют 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ 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_4, 1 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ 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 см³ (вместо 40 см³).

При этом 1,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 60 см³ воды, 3 см³ 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 см³, отбрасывая первую порцию фильтрата.

42 см³ полученного фильтрата (соответствуют 1 г препарата) помещают цилиндром в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1 см³ 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 Cl,

для препарата чистый — 0,05 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и 1 см³ 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 см³ раствора соляной кислоты (тигель накрывают часовым стеклом). Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. 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 см³ раствора А (соответствуют 0,4 г препарата) и 10 см³ раствора Б помещают в мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая, прибавляют по 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют по 5 см³ 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 тиоацетамидным методом. Анализ заканчивают фотометрически или визуально. При этом 0,50 г препарата помещают в платиновый тигель (ГОСТ 6563—75), смачивают 0,5 см³ воды, прибавляют 0,1 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204—77), 3 см³ 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 см³ раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118—77) с массовой долей 25 %, накрыв тигель часовым стеклом; раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, прибавляют 1 см³ раствора 4-водного винно-кислого калия-натрия, перемешивают, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до pH 7 по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), прибавляют 2 см³ избытка раствора гидроокиси натрия, 1 см³ раствора тиоацетамида, 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^3.

(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, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана 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	3.1а

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*

gost.e-ecolog.ru

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