Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси хлоридов

ГОСТ 10671.7—74

Reagents. Methods for the determination of chlorides

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.75

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

Методы основаны на образовании опалесценции хлорида серебра при взаимодействии ионов серебра и хлора.

(Измененная редакция, Изм. № 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 хлоридов в растворах сравнения должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

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

0,005—0,050 мг при определении визуально-нефелометрическим методом (способ 1);

0,010—0,100 мг при определении визуально-нефелометрическим методом (способ 2);

0,010—0,075 мг при определении фототурбидиметрическим методом (способ 1);

0,010—0,200 мг при определении фототурбидиметрическим методом (способ 2).

1а.4. При взвешивании навески анализируемого реактива, а также 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. После добавления каждого реактива растворы перемешивают.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а.6. При необходимости растворы нейтрализуют растворами аммиака или азотной кислоты по универсальной индикаторной бумаге, если в нормативно-технической документации на анализируемый реактив нет других указаний.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.7. Для фильтрования растворов применяют обеззоленные фильтры «синяя лента», промытые горячей водой или горячей водой, подкисленной азотной кислотой (раствор с массовой долей азотной кислоты около 1 %).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.8. Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в стандарте на анализируемый реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.9. **(Исключен, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru

1а.10. При наличии опалесценции в анализируемом растворе определение проводят фототурбидиметрическим методом с введением поправки на значение оптической плотности раствора анализируемого реактива.

1а.11. Если при растворении или разложении навески анализируемого реактива или нейтрализации анализируемого раствора применяют реактивы, в состав которых входит примесь хлоридов, то вводят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

1а.10, 1а.11. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1а.12. При хранении растворов реактивов (если нет указаний об ограничении сроков хранения их) при помутнении, образовании хлопьев или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

1а.13. Определение примесей хлоридов необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с кислотами и легколетучими солями, содержащими хлориды.

1а.12, 1а.13. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

1б. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, ПОСУДА И ПРИБОРЫ

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Серебро азотнокислое (серебра нитрат) по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1,7 %.

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

Этиленгликоль по ГОСТ 10164.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага индикаторная универсальная.

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

Колбы 2—25(50)—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770.

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

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

Разд. 1б. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

1. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1.1. Фототурбидиметрический метод

1.2. Определение по способу 1

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.2.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 25 см^3 каждая помещают растворы, содержащие 0,010; 0,025; 0,050; 0,075 мг Cl, доводят объемы раствора водой до 15 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий Cl.

В каждый раствор прибавляют 1,0 см^3 раствора азотной кислоты, 1,0 см^3 раствора нитрата серебра, перемешивают, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

Через 20 мин (после выдержки в темноте) оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору при длине волны 390—410 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

1.2.2. Проведение анализа

15 см^3 нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, прибавляют 1,0 см^3 раствора азотной кислоты и 1,0 см^3 раствора нитрата серебра, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Растворы выдерживают в темном месте и через 20 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 хлоридов в анализируемом растворе в миллиграммах.

Примечание. Допускается применять 2 $см^3$ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

1.2.1, 1.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1.2.3. При анализе окрашенных неорганических солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию, определение проводят с тем изменением, что в качестве контрольного раствора применяют раствор, содержащий 15 $см^3$ анализируемого раствора, 1,0 $см^3$ раствора азотной кислоты и 9,0 $см^3$ воды.

1.2.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 1.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представлена в табл. 1.

Таблица 1

Масса хлоридов, мг	Допускаемое расхождение (относительно определяемой массы хлоридов), %	Допускаемая суммарная погрешность (относительно определяемой массы хлоридов), %
От 0,010 до 0,025 включ.	25	±30
Св. 0,025 » 0,075 »	10	±10

1.2.3, 1.2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.2.5. **(Исключен, Изм. № 2).**

1.3. Определение по способу 2

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ каждая помещают растворы, содержащие 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125; 0,150; 0,175; 0,200 мг Cl, доводят объемы растворов водой до 40 $см^3$ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий Cl.

В каждый раствор прибавляют 2,0 $см^3$ раствора азотной кислоты, 1,0 $см^3$ раствора нитрата серебра, перемешивают, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

Растворы выдерживают в темноте и через 20 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 или 100 мм.

Измерение оптической плотности растворов, содержащих 0,010—0,050 мг Cl, проводят в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 100 мм, содержащих свыше 0,050 до 0,200 мг Cl — в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

1.3.2. Проведение анализа

40 $см^3$ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$; прибавляют 2,0 $см^3$ раствора азотной кислоты, 1,0 $см^3$ раствора нитрата серебра, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива, доводят объем раствора водой до 50 $см^3$ и перемешивают.

Раствор выдерживают в темноте и через 20 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 хлоридов в анализируемом растворе в миллиграммах.

Примечание. — Допускается применять 2 $см^3$ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

1.3.1, 1.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1.3.3. При анализе окрашенных неорганических солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию, определение проводят с тем изменением, что в качестве контрольного ра-

створа применяют раствор, содержащий 40 см³ анализируемого раствора, 2,0 см³ раствора азотной кислоты и 8,0 см³ воды.

1.3.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 2.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представлена в табл. 2.

Таблица 2

Масса хлоридов, мг	Допускаемое расхождение (относительно определяемой массы хлоридов), %	Допускаемая суммарная погрешность (относительно определяемой массы хлоридов), %
От 0,010 до 0,025 включ.	30	±30
Св. 0,025 » 0,050 »	20	±30
» 0,050 » 0,100 »	20	±30
» 0,100 » 0,175 »	20	±20
» 0,175 » 0,200 »	20	±25

1.3.3, 1.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.3.5. **(Исключен, Изм. № 2).**

1.4. Визуально-нефелометрический метод

Определение по способу 1

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.4.1. Навеску анализируемого реактива помещают в коническую колбу и растворяют в 10—15 см³ воды. После растворения к нейтральному по универсальной индикаторной бумаге раствору добавляют 1,0 см³ раствора азотной кислоты и 1,0 см³ раствора нитрата серебра, объем раствора доливают водой до 20,0 см³ и перемешивают.

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

Сравнение интенсивности опалесценции анализируемого раствора и раствора сравнения проводят после выдержки в течение 20 мин в темном месте, если в нормативно-технической документации на анализируемый реактив нет других указаний.

1.4.1а. Определение по способу 2

Навеску анализируемого реактива помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 30 см³ воды. После растворения к нейтральному по универсальной индикаторной бумаге раствору добавляют 2,0 см³ раствора азотной кислоты, 1,0 см³ раствора нитрата серебра, объем раствора доливают водой до 40 см³, перемешивают, а далее анализ проводят, как указано в п. 1.4.1.

1.4.1, 1.4.1а. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1.4.2, 1.4.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

Разд. 2. **(Исключен, Изм. № 1).**

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. XIII — XV

4. Стандарт содержит все требования стандарта СЭВ 1432—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 1277—75	Разд. 1б	ГОСТ 6709—72	Разд.1б
ГОСТ 1770—74	Разд. 1б	ГОСТ 10164—75	Разд. 1б
ГОСТ 3760—79	Разд. 1б	ГОСТ 25336—82	Разд. 1б
ГОСТ 4212—76	Разд. 1б	ГОСТ 27025—86	1а.1
ГОСТ 4461—77	Разд. 1б	ГОСТ 29227—91	Разд. 1б
ГОСТ 4517—87	Разд. 1б		

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