ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КИСЛОТА АЗОТНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение сульфатного остатка. Гравиметрический метод

Nitric acid for industrial use.
Determination of sulphated ash.
Gravimetric method

Дата введения 1995—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения сульфатного остатка в технической азотной кислоте.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на выпаривании азотной кислоты, переводе солей остатка в сульфаты путем обработки серной кислотой, последу-

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ющем прокаливании остатка при температуре (800±25) °С и его взвешивании.

4 РЕАКТИВЫ

В ходе анализа следует применять реактивы химически чистые и чистые для анализа.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотность приблизительно 1,84 г/см³, раствор с массовой долей около 96 % (36 н.).

5 АППАРАТУРА

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛКТ-500г-М по ГОСТ 24104 или весы аналогичного типа с пределом взвешивания 500 г, с ценой деления $1 \cdot 10^{-2}$ г, 4-го класса точности и весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104 или весы аналогичного типа с пределом взвешивания 200 г, с ценой наименьшего деления $1 \cdot 10^{-4}$ г, не ниже 2-го класса точности.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Чашка платиновая вместимостью 150—200 см³ по ГОСТ 6563 или тигель фарфоровый высокий 5 по ГОСТ 9147.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Бани водяная и песочная любого типа.

Электропечь лабораторная (муфель) любого типа с регулируемой температурой (900±25) °С.

Примечание - *Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.*

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В платиновую (или фарфоровую) чашку, предварительно прокаленную в электропечи при температуре (800±25) °С, охлажденную в эксикаторе и взвешенную (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают 100 г (70 см³) азотной кислоты и взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака). По разности двух взвешиваний рассчитывают массу навески исследуемой пробы.

Бо́льшую часть исследуемой пробы выпаривают (до объема 5—10 см³) путем осторожного нагревания чашки с пробой сначала на водяной, а затем на песочной бане. Чашку с пробой охлаждают до температуры окружающей среды.

Затем добавляют в чашку 1 см³ раствора серной кислоты и выпаривают содержимое чашки досуха.

Чашку с сухим остатком помещают в электропечь и выдерживают при температуре (800±25) °С в течение приблизительно 15 мин до постоянной массы.

Чашку с пробой извлекают из электропечи, помещают в эксикатор и после охлаждения до температуры окружающей среды взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака). По разности двух взвешиваний (чашки с остатком и пустой чашки) рассчитывают массу сульфатного остатка (результат взвешивания округляют до третьего десятичного знака).

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю сульфатного остатка C в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_1 \cdot 100}{m_0}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса сульфатного остатка, г;

m_0 — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютные расхождения между которыми не превышают допускаемые расхождения, равные $1 \cdot 10^{-3}$, $3 \cdot 10^{-3}$, $2{,}5 \cdot 10^{-2}$ % для массовых долей 0,009, 0,020 и 0,050 % соответственно.

Допускаемая суммарная относительная погрешность результата анализа ±17,0, ±10,0 и ±4,0 % для массовых долей остатка 0,009, 0,020 и 0,050 % соответственно при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

УДК 661.56.543.21:006.354 Л12 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: азотная кислота, сульфатный остаток, гравиметрический метод

gost.e-ecolog.ru