МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10671.7— 2016

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси хлоридов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2016 г. № 1643-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.7—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.7—74

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси хлоридов

Reagents. Methods for determination of chlorides impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область распространения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси хлоридов:

- фототурбидиметрический;
- визуально-нефелометрический.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10164 Реактивы. Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 10671.0 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов

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

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

3 Сущность методов

Методы основаны на образовании опалесценции хлористого серебра при взаимодействии ионов серебра и хлорид-ионов.

4 Общие требования

4.1 Общие требования по проведению анализа — по ГОСТ 10671.0.

4.2 Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

4.3 Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.4 Масса хлорид-ионов 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).

4.5 При необходимости растворы нейтрализуют растворами аммиака или азотной кислоты по универсальной индикаторной бумаге, если в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив нет других указаний.

4.6 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 %).

5 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

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 по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1,7 %.

Раствор, массовой концентрацией хлорид-ионов (Cl^-) 1 мг/см^3; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрацией 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)—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)—1(2)—1—1(2,5,10,25) по ГОСТ 29227.

6 Методы анализа

6.1 Фототурбидиметрический метод

6.1.1 Определение по способу 1

6.1.1.1 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 25 см^3 каждая помещают раствор с массовой концентрацией хлорид-ионов 0,01 мг/см^3 объемом 1,0; 2,5; 5,0 и 7,5 см^3, что соответствует 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 азотнокислого серебра, перемешивают, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

Растворы выдерживают в темном месте и через 20 мин после выдержки измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору при длине волны 390—410 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

6.1.1.2 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 азотнокислого серебра, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Растворы выдерживают в темном месте и через 20 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу хлорид-ионов в анализируемом растворе в миллиграммах.

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

При анализе окрашенных неорганических солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию 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.

6.1.1.3 Обработка результатов

Обработку результатов проводят по ГОСТ 27025.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в таблице 1.

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

Таблица 1

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

6.1.2 Определение по способу 2

6.1.2.1 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ каждая помещают раствор с массовой концентрацией хлорид-ионов 0,01 мг/$см^3$ объемом 1,0; 2,5; 5,0 и 7,5 $см^3$, что соответствует 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 азотнокислого серебра, перемешивают, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

Растворы выдерживают в темном месте и через 20 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору при длине волны 480—490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 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 раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

6.1.2.2 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 азотнокислого серебра, 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 хлорид-ионов в анализируемом растворе в миллиграммах.

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

При анализе окрашенных неорганических солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию, в качестве контрольного раствора применяют раствор, содержащий 40 см^3 анализируемого раствора, 2,0 см^3 раствора азотной кислоты и 8,0 см^3 воды.

6.1.2.3 Обработка результатов

Обработку результатов проводят по ГОСТ 27025.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в таблице 2.

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

Таблица 2

Масса хлорид-ионов, мг	Допускаемое расхождение (относительно определяемой массы хлорид-ионов), %	Допускаемая суммарная погрешность (относительно определяемой массы хлорид-ионов), %
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

6.2 Визуально-нефелометрический метод

6.2.1 Определение по способу 1

Навеску анализируемого реактива помещают в коническую колбу и растворяют в 10—15 см^3 воды. После растворения к нейтральному по универсальной индикаторной бумаге раствору добавляют 1,0 см^3 раствора азотной кислоты и 1,0 см^3 раствора азотнокислого серебра, объем раствора доливают водой до 20,0 см^3 и перемешивают.

Одновременно таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в том же объеме массу хлорид-ионов, указанную в нормативном документе или 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 нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив нет других указаний.

6.2.2 Определение по способу 2

Навеску анализируемого реактива помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в 30 см^3 воды. После растворения к нейтральному по универсальной индикаторной бумаге раствору добавляют 2,0 см^3 раствора азотной кислоты, 1,0 см^3 раствора азотнокислого серебра, объем раствора доливают водой до 40 см^3, перемешивают, а далее анализ проводят, как указано в 6.2.1.

УДК 54-41:543.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение хлоридов

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 27.03.2019. Подписано в печать 19.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru