МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10671.6— 2016

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси фосфатов

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 8 ноября 2016 г. № 1618-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.6—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 В настоящем стандарте реализовано положение (раздел 6) международного стандарта ISO 6353-1:1982 «Reagents for chemical analysis — Part 1. General test methods» (ИСО 6353-1:1982 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.6—74

7 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси фосфатов

Reagents. Methods for determination of phosphates impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси фосфатов в неокрашенных растворах реактивов:

- по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой;
- по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса;
- по окраске молибденовой сини с восстановлением 2-водным хлоридом олова (II).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. 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 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. 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 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) 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, затра-

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

гивающее 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.

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 10671.0.

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

3.2 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.

3.3 Масса фосфат-ионов в навеске анализируемого реактива должна быть:

- 0,002—0,020 мг при определении по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой;
- 0,01—0,10 мг при определении по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса;
- 0,002—0,050 мг при определении по окраске молибденовой сини с восстановлением 2-водным хлоридом олова (II).

3.4 При проведении определения после добавления каждого реактива растворы перемешивают.

3.5 Для нейтрализации применяют растворы аммиака или соляной (азотной) кислоты по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), если в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив отсутствуют другие указания.

3.6 При визуальном определении (кроме метода, описанного в разделе 6) готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси фосфат-ионов соответствует норме, во втором составляет половину нормы, в третьем —две нормы. Если масса фосфат-ионов в растворе сравнения (половина нормы или две нормы) не укладывается в пределы, указанные в 3.3, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

4 Метод определения по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании фосфорномолибденового комплекса и последующем восстановлении его аскорбиновой кислотой до молибденовой сини.

Масса кремнекислоты в анализируемой пробе не должна превышать 0,1 мг SiO_2.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336.

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

Цилиндры 1(3)—25(50)—2 и 2—25(50)—2 по ГОСТ 1770.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий-сурьма (III) оксид тартрат (калий-антимонил виннокислый) 0,5-водный, раствор с массовой долей 0,3 %, свежеприготовленный.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2 %, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 22 %; готовят по ГОСТ 4517.

Смесь реактивов; готовят следующим образом: к 50 $см^3$ раствора серной кислоты прибавляют 15 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, 5 $см^3$ раствора 0,5-водного виннокислого антимонила калия, 30 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 25 $см^3$ воды и перемешивают. Раствор устойчив в течение суток.

Раствор, массовой концентрацией фосфат-ионов PO_4^{3-} 1 мг/$дм^3$; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,01 и 0,005 мг/$см^3$ PO_4^{3-}. Разбавленные растворы применяют свежеприготовленными.

4.3 Фотометрическое определение

4.3.1 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы помещают растворы, содержащие 0,002; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 мг PO_4^{3-}, доводят объемы растворов водой до 20 $см^3$ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий PO_4^{3-}.

В каждый раствор прибавляют 4 $см^3$ раствора смеси реактивов, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 670—730 нм (λ_{max} 720 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм или на спектрофотометре при максимальной длине волны 880 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

4.3.2 Проведение анализа

20 $см^3$ нейтрального анализируемого раствора помещают пипеткой в мерную или коническую колбу, прибавляют 4 $см^3$ раствора смеси реактивов, доводят объем раствора водой до метки (или прибавляют 1 $см^3$ воды при проведении анализа в конической колбе) и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному, приготовленному одновременно так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу фосфат-ионов в анализируемом реактиве в миллиграммах.

Окраска устойчива в течение 2 ч.

4.4 Визуальное определение

Визуальное определение проводят в конических колбах вместимостью 50 $см^3$ (с меткой на 25 $см^3$) или в цилиндрах.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по 3.6. При этом наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу фосфат-ионов в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативном документе или технической документации норме на анализируемый реактив и те же количества реактивов, что и при фотометрическом определении.

4.5 Обработка результатов

За результат анализа при фотометрическом методе принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми d не превышает допускаемое расхождение, указанное в таблице 1.

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

Таблица 1

Найденная масса фосфат-ионов, мг	d, мг	Δ, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0005	±15
Св. 0,005 » 0,020 »	0,001	±10

5 Метод определения по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса

5.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

Масса кремнекислоты в анализируемой пробе не должна превышать 0,5 мг SiO_2.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2—2—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2—50—18(22) ТХС или Кн-1—50—14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1(3)—25(50)—2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

n-Нитрофенол (индикатор), раствор с массовой долей 0,2 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Реактив для определения фосфат-ионов; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор массовой концентрацией фосфат-ионов PO_4^{3-} 1 мг/см^3; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см^3 PO_4^{3-}. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

5.3 Фотометрическое определение

5.3.1 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы помещают растворы, содержащие 0,01; 0,02; 0,05; 0,08; 0,10 мг PO_4^{3-}, доводят растворы водой до объема около 12 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий PO_4^{3-}.

В каждый раствор прибавляют 10 см^3 раствора реактива для определения фосфат-ионов, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 400—440 нм или спектрофотометре при длине волны 410 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

5.3.2 Проведение анализа

15 см^3 нейтрального анализируемого раствора (для нейтрализации применяют раствор азотной кислоты или раствор аммиака в присутствии одной-двух капель раствора *n*-нитрофенола) помещают в мерную колбу, прибавляют 10 см^3 реактива для определения фосфат-ионов и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному, приготовленному так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу фосфат-ионов в анализируемом реактиве в миллиграммах.

5.4 Визуальное определение

Визуальное определение проводят в конических колбах вместимостью 50 см^3 (с меткой на 25 см^3) или цилиндрах с пришлифованными пробками.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по 3.6. При этом наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу фосфат-ионов в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативном документе или технической документации норме на анализируемый реактив, и те же количества реактивов, что и при фотометрическом определении.

5.5 Обработка результатов

За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми d не превышает допускаемое расхождение, указанное в таблице 2.

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

Таблица 2

Найденная масса фосфат-ионов, мг	d, мг	Δ, %
От 0,01 до 0,05 включ.	0,004	±30
Св. 0,05 » 0,08 »	0,005	±20
» 0,08 » 0,10 »	0,01	±10

6 Визуальный метод определения по окраске молибденовой сини с восстановлением 2-водным хлоридом олова (II)

6.1 Проведение анализа

К известному объему анализируемого раствора добавляют 5 $см^3$ раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %. Доводят pH-раствора до 1,8 и нагревают раствор до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 $см^3$ диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстанавливают молибденофосфатный комплекс добавлением 0,2 $см^3$ раствора хлорида олова (II) 2-водного с массовой долей 2 % в растворе соляной кислоты. Сравнивают интенсивность синего окрашивания полученного органического слоя с интенсивностью окрашивания органического слоя, полученного при аналогичной обработке соответствующего раствора сравнения, содержащего фосфат-ионы.

6.2 Растворы, используемые при анализе

Для приготовления растворов используют дистиллированную или деминерализованную воду.

6.2.1 Основной раствор сравнения

Раствор, содержащий фосфат-ионы, готовят следующим образом: 1,43 г KH_2PO_4 растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки и перемешивают; 1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г PO_4^{3-}.

6.2.2 Разбавленные растворы сравнения

Разбавленные растворы сравнения I, II и III готовят непосредственно перед использованием путем разбавления основного раствора сравнения (6.2.1) в мерных колбах соответствующего объема, причем точное соотношение объемов должно составлять 1/10, 1/100, 1/1000 соответственно.

УДК 54-41:543.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение фосфатов

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 27.03.2019. Подписано в печать 17.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
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