Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси сульфатов

Reagents. Methods for the determination of sulfates

ГОСТ 10671.5—74

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.75

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

Методы основаны на образовании опалесценции сульфата бария при взаимодействии ионов бария и сульфата.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 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 сульфатов в растворах сравнения должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

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

0,01—0,10 мг при определении визуально-нефелометрическим методом (способ 1);

0,02—0,10 мг при определении фототурбидиметрическим методом;

0,05—0,50 мг при определении визуально-нефелометрическим методом (способы 2 и 3).

1а.4. При взвешивании навески анализируемого реактива и 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. При необходимости следует проводить контрольный опыт на содержание сульфатов в применяемых для нейтрализации или разложения навески препарата количествах реактивов и в результат определения вводить соответствующую поправку.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а.6. Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

Температура растворов перед прибавлением раствора хлорида бария должна быть 20—25 °С. При температуре воздуха ниже 20 °С перед прибавлением раствора хлорида бария необходимо подогреть растворы в водяной бане с температурой 30—35 °С в течение 15 мин.

Раствор хлорида бария следует прибавлять к каждому раствору с одинаковой скоростью из бюретки при тщательном перемешивании.

1а.7. Для фильтрования растворов применяют обеззоленные фильтры «синяя лента», промытые горячей водой.

1а.6, 1а.7. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1а.8. При необходимости растворы нейтрализуют растворами аммиака или соляной кислоты по универсальной индикаторной бумаге, если в нормативно-технической документации на анализируемый реактив нет других указаний (проба на вынос).

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

1а.9. При наличии опалесценции в анализируемом растворе определение проводят фототурбидиметрическим методом с введением поправки на значение оптической плотности раствора анализируемого реактива.

1а.8, 1а.9. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1а.10. **(Исключен, Изм. № 2).**

1а.11. При хранении растворов реактивов (если нет указаний об ограничении сроков хранения их) в случае помутнения, образования хлопьев или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а.12. Определение примеси сульфатов необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с кислотами и легколетучими солями, содержащими сульфаты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, ПОСУДА И ПРИБОРЫ

Барий хлористый (бария хлорид) по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Калий сернокислый (калия сульфат) по ГОСТ 4145; раствор готовят следующим образом: 0,02 г сульфата калия растворяют в смеси 30,0 $см^3$ этанола и 70,0 $см^3$ воды.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы с массовой долей 10 % и 25 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517 или этиленгликоль по ГОСТ 10164.

Спирт этиловый (этанол) ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Раствор, содержащий SO_4; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 $мг/см^3$ SO_4.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бюретка 1(2)—2—25(50)—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

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

Пипетки 6(7)—2—5(10; 25); 4(5)—2—1(2); 2—2—20(25) по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1(2)—50 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770.

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

Разд.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. ВИЗУАЛЬНО-НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Определение по способу 1

25,0 $см^3$ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в стакан или коническую колбу, прибавляют 1,0 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 $см^3$ раствора крахмала и 3,0 $см^3$ раствора хлорида бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

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

Сравнение интенсивности опалесценции анализируемого раствора и раствора сравнения проводят через 30 мин на темном фоне.

Допускается применение 2 $см^3$ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.1.1—2.1.4. **(Исключены, Изм. № 2).**

2.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

2.3. Определение по способу 2 (с затравкой)

К затравочному раствору, состоящему из 0,25 $см^3$ раствора сульфата калия и 1,0 $см^3$ раствора хлорида бария, прибавляют 20,0 $см^3$ анализируемого раствора, подкисленного 0,5 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %.

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

Сравнение интенсивности опалесценции анализируемого раствора и раствора сравнения проводят через 10 мин на темном фоне.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Определение по способу 3

46,0 $см^3$ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 1,0 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 3,0 $см^3$ раствора хлорида бария, затем в течение 30 с тщательно перемешивают.

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

Сравнение интенсивности опалесценции анализируемого раствора и раствора сравнения проводят через 15 мин на темном фоне.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. ФОТОТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в конические колбы помещают растворы, содержащие 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг SO_4, доливают объемы растворов водой до 25 $см^3$ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий SO_4.

В каждый раствор прибавляют 1,0 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 $см^3$ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем прибавляют 3,0 $см^3$ раствора хлорида бария, снова перемешивают в течение 1 мин, а затем перемешивают периодически, через каждые 10 мин.

Через 40 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.

Допускается измерять оптическую плотность растворов при длине волны (400±10) нм. В этом случае оптическую плотность анализируемого раствора следует измерять также при этой же длине волны.

По полученным данным строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Проведение анализа

25,0 $см^3$ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 1,0 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 $см^3$ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем прибавляют 3,0 $см^3$ раствора хлорида бария, снова перемешивают в течение 1 мин, а затем перемешивают периодически, через каждые 10 мин.

Через 40 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 сульфатов в анализируемом растворе в миллиграммах.

Допускается применение 2 $см^3$ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. При анализе окрашенных солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию или прицветку, определение проводят, как описано в п. 3.2, при этом контрольный раствор готовят следующим образом: к 25,0 $см^3$ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируе-

мого раствора прибавляют 1,0 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 см^3 раствора крахмала, тщательно перемешивают в течение 1 мин, а затем прибавляют 3,0 см^3 воды.

3.4. Определение сульфатов в солях одно- и двухвалентных металлов должно производиться из навесок массой не более 0,50 г (в этом случае влияние ионной силы раствора в условиях определения не сказывается).

3.5. При определении сульфатов в солях трех- и четырехвалентных металлов градуировочный график следует строить по растворам сравнения, содержащим анализируемый реактив без сульфатов, при этом методика его приготовления должна быть изложена в нормативно-технической документации на этот реактив. При использовании градуировочного графика, построенного по п. 3.1, навеска анализируемого реактива должна быть подобрана экспериментально.

3.3—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.6. **(Исключен, Изм. № 2).**

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

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

Масса сульфатов, мг	Допускаемое расхождение (относительно определяемой массы сульфатов), %	Допускаемая суммарная погрешность (относительно определяемой массы сульфатов), %
От 0,02 до 0,03 включ.	25	±20
Св. 0,03 » 0,10 »	25	±15

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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. VII — IX

4. Стандарт содержит все требования стандарта СЭВ 1430—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 1770—74	Разд. 1	ГОСТ 10163—76	Разд. 1
ГОСТ 3118—77	Разд. 1	ГОСТ 10164—75	Разд. 1
ГОСТ 4108—72	Разд. 1	ГОСТ 18300—87	Разд. 1
ГОСТ 4145—74	Разд. 1	ГОСТ 25336—82	Разд. 1
ГОСТ 4212—76	Разд. 1	ГОСТ 27025—86	1а.1
ГОСТ 4517—87	Разд. 1	ГОСТ 29227—91	Разд. 1
ГОСТ 6709—72	Разд.1	ГОСТ 29251—91	Разд. 1

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