

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА КРЕМНЕВАЯ ВОДНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4214—78

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.284—325—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

КИСЛОТА КРЕМНЕВАЯ ВОДНАЯ

Технические условия

ГОСТ 4214—78

Reagents Silicic acid aqueous Specifications

ОКП 26 1229 0080 07

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на водную кремневую кислоту (кремния (IV) оксид водный), которая представляет собой белый аморфный порошок; нерастворима в азотной, соляной и серной кислотах, легко растворима во фтористо-водородной кислоте и в горячих растворах щелочей, при стоянии постепенно обезвоживается

Формула $SiO_2 \cdot nH_2O$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1 Водная кремневая кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1 2 По физико-химическим показателям водная кремневая кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч д а) ОКП 26 1229 0082 05	Чистый (ч) ОКП 26 1229 0081 06
1 Массовая доля потерь при прокаливании, %	20—28	20—28
2 Массовая доля веществ, нелетучих с фтористоводородной кислотой, %, не более	0,1	0,3
3 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,02
4 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,003	0,005
5 Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,003	0,005
6 Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,002	0,005
7 Органические вещества	Должен выдерживать испытание по п 4 8	

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Кремневая водная кислота обладает умеренно-токсическим действием. В виде пыли действует раздражающе на слизистые оболочки дыхательных путей. Длительное воздействие на организм может вызвать хроническое заболевание легких — силикатоз.

2.2. При работе с препаратом следует пользоваться респираторами, а также соблюдать правила личной гигиены.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Массовые доли сульфатов, хлоридов и тяжелых металлов изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 30 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Определение массовой доли потерь при прокаливании

4.2.1. *Проведение анализа*

Около 1,0000 г препарата помещают в платиновый (ГОСТ 6563) или фарфоровый (ГОСТ 9147) тигель, предварительно доведенный до постоянной массы и взвешенный (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), сушат при 105—110 °С в течение 30 мин и прокаливают при 750—800 °С до постоянной массы.

4.2.2. *Обработка результатов*

Массовую долю потерь при прокаливании (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса тигля с препаратом до прокаливания, г;

m_2 — масса тигля с остатком после прокаливания, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 0,2% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.2.1, 4.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение массовой доли веществ, нелетучих с фтористоводородной кислотой

4.3.1 *Посуда, реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Пипетка 4(5)—2—1(2) по НТД.

Пипетка или цилиндр из полиэтилена.

Чашка из платины 118—3 по ГОСТ 6563.

4.3.2 *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в платиновую чашку, доведенную до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), смачивают 2 $см^3$ воды, прибавляют 0,25 $см^3$ серной кислоты, 10 $см^3$ фтористоводородной кислоты, перемешивают и нагревают на электрической плитке, покрытой слоем асбеста, в вытяжном шкафу — до полного улетучивания жидкости и паров серной кислоты, затем прокаливают 5 мин при 500 °С, охлаждают и взвешивают.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение нелетучих веществ в применяемых реактивах. При обнаружении примеси в результат анализа вносят соответствующую поправку.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 6 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 15 % для препарата "чистый для анализа" и ± 5 % для препарата "чистый" при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Нелетучий остаток после обработки фтористоводородной кислотой анализируемого препарата и нелетучий остаток в применяемых реактивах сохраняют для определения массовой доли железа по п. 4.6 и тяжелых металлов по п. 4.7.

4.3.1, 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ воды (ГОСТ 6709), 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, перемешивают и ставят метку. Колбу с содержимым нагревают до кипения и осторожно, часто перемешивая, кипятят 5 мин (во избежание выбрасывания содержимого в колбу помещают стеклянные палочки), затем охлаждают, доводят объем водой до метки и фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", тщательно промытый горячей водой. Первую порцию фильтрата отбрасывают.

26 $см^3$ полученного фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) помещают цилиндром в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг,

для препарата чистый — 0,1 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 37 $см^3$ воды, 2 $см^3$ раствора азотной кислоты, с массовой долей 25 %, осторожно нагревают до кипения, охлаждают и фильтруют через обеззоленный фильтр "синяя лента", промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с меткой на 40 и 50 $см^3$). Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не прибавляя раствор азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,03 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.6. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555. При этом нелетучий остаток после обработки анализируемого препарата фтористоводородной кислотой, полученный по п. 4.3, растворяют при нагревании в 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (чашку накрывают часовым стеклом), затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают — раствор А.

Одновременно таким же образом обрабатывают нелетучий остаток применяемых реактивов — раствор Б.

Растворы сохраняют для определения содержания тяжелых металлов по п. 4.7.

10 см^3 раствора А (соответствует 0,4 г препарата) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 10 см^3 воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствора соляной кислоты и измеряя оптическую плотность анализируемого раствора по контрольному раствору, приготовленному таким же образом и содержащему 10 см^3 раствора Б и те же количества реактивов.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,012 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

4.7. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319. При этом 12,5 см^3 раствора А, приготовленного по п. 4.6 (соответствуют 0,5 г препарата), помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 (с меткой на 20 см^3), прибавляют 1 см^3 раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, перемешивают, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до pH 7 по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят тиоацетамидным методом, визуально-колориметрически, не прибавляя раствора 4-водного виннокислого калия-натрия.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Pb,

для препарата чистый — 0,025 мг Pb,

2,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (ГОСТ 3118), нейтрализованной раствором гидроокиси натрия до pH 7 по универсальной индикаторной бумаге, 1 см^3 раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см^3 раствора гидроокиси натрия и 1 см^3 раствора тиоацетамида.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт на определение тяжелых металлов в 12,5 см^3 раствора Б (п. 4.6). При обнаружении примеси в результат анализа вносят соответствующую поправку.

4.8. Испытание на органические вещества

2,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147) и прибавляют 30 см^3 серной кислоты х.ч. (ГОСТ 4204).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 15 мин серная кислота останется бесцветной.

4.4—4.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2—1, 2—4.

Группа фасовки: IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие водной кремневой кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Е.Н. Яковлева, Л.В. Кидиярова, Н.Д. Печникова, И.В. Жарова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.11.78 № 3033**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4214—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 3118—77	4.7
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1
ГОСТ 4204—77	4.3.1, 4.8
ГОСТ 6563—75	4.2.1, 4.3.1
ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.4
ГОСТ 9147—80	4.2.1, 4.8
ГОСТ 10484—78	4.3.1
ГОСТ 10555—75	4.6
ГОСТ 10671.5—74	4.4
ГОСТ 10671.7—74	4.5
ГОСТ 17319—76	4.7
ГОСТ 27025—86	4.1а

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **Переиздание (июнь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 9—89)**

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *В И Варенцова*
Компьютерная верстка *Е Н Мартемьяновой*

Изд. лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 13 05 98 Подписано в печать 06 07 98 Усл печ л 0,93 Уч -изд. л 0,60 Тираж 168 экз
С813 Зак 529

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru