Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Метод определения примеси кремнекислоты

ГОСТ 10671.1—74

Reagents. Method for determination of silica impurity

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает метод определения примеси кремнекислоты в неокрашенных растворах реактивов по окраске молибденовой сини:

с применением в качестве восстановителя двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (соль Мора) — способ 1;

с применением в качестве восстановителя метола — способ 2;

с применением в качестве восстановителя 2-водного хлорида олова (II), после экстракции в органическую фазу — способ 3;

с применением в качестве восстановителя 2-водного хлорида олова (II) — способ 4.

Стандарт не распространяется на соединения кремния, серебра и фторидов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1а. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1а.1. Общие указания и требования к методам анализа — по ГОСТ 27025 и ГОСТ 10671.0.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1а.2. Масса навески анализируемого реактива, проведение предварительной обработки ее, масса кремнекислоты в растворах сравнения, соответствующая норме, должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

0,005—0,050 мг при определении по способу 1;

0,010—0,100 мг при определении по способу 2;

0,010—0,050 мг при определении по способу 3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1а.4. Масса примеси фосфатов в навеске анализируемого реактива не должна превышать 0,5 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.5. Навеску анализируемого реактива, а также навески реактивов для приготовления растворов, применяемых при определении, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

1а.6. При проведении определений после добавления каждого реактива растворы перемешивают.

1а.5, 1а.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

1а.7. Применяемый способ и необходимые условия определения предусматривают в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.8. Фотометрические определения проводят на фотоэлектроколориметрах или спектрофотометрах при соответствующих длинах волн. При разногласиях в оценке массовой доли кремнекислоты определение проводят на спектрофотометре.

1а.9. Если при растворении или разложении навески анализируемого реактива применяют реактивы, в состав которых входит примесь кремнекислоты, то вводят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

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

1а.10. При хранении растворов реактивов (если нет указаний об ограничении сроков хранения их) при помутнении, образовании хлопьев или осадков раствор заменяют свежеприготовленным.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а.11. Определение примеси кремнекислоты необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с кислотами и легколетучими солями, содержащими соответствующие анионы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.12. При визуальном определении, кроме способа 4, готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси кремнекислоты соответствует норме, во втором составляет 0,5 нормы, в третьем — 2 нормы. Если масса кремнекислоты в растворах сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, установленные в п. 1а.3, то для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Бюретка вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$.

Воронка ВД-1(2)—100 или ВД-3—100 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2—25(50)—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—50(100)—22(34) по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1(2), 5(10), 20 и 25 $см^3$.

Цилиндр 2(4)—50(25)—2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий углекислоты; готовят по ГОСТ 4517. Допускается применять аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147, ос. ч. 25—5.

Аммоний гептамолибдат (VI) 4-водный для акрилонитрила (аммоний молибденовокислый) или аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч., раствор в серной кислоте с массовой долей 5 % (готовят по ГОСТ 4517) и раствор с массовой долей 2 %.

Буферный раствор с pH (1,2±0,2) готовят следующим образом: 1,86 г хлористого калия и 6,2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Контроль pH проводят на универсальном иономере.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Калий дисульфит (калий сернистокислый пиро).

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с массовой долей 5, 20 и 40 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и раствор с массовой долей 0,4 %.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор с массовой долей 6 %.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Олово (II) хлорид 2-водное, раствор молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$; готовят следующим образом: 0,30 г 2-водного хлорида олова (II) растворяют в 100 $см^3$ глицерина.

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

Пентаметоксикрасный, индикатор, раствор в метаноле с массовой долей 0,1 % или тропеолин 00, индикатор, раствор с массовой долей 0,04 %.

Раствор, содержащий SiO_2; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг SiO_2 в 1 $см^3$. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

Реактив А готовят следующим образом: 5,00 г молибденовокислого аммония растворяют в 100 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 5 % в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и перемешивают. Раствор годен в течение 4 сут.

Реактив Б готовят следующим образом: 0,20 г метола растворяют в 80 $см^3$ воды в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 20,00 г дисульфита калия, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Раствор годен в течение 4 сут.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора), раствор с массовой долей 10 % в серной кислоте; готовят по ГОСТ 4517.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006 или спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПО СПОСОБУ 1

2.1а. Фотометрическое определение

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ каждая помещают растворы, содержащие 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг SiO_2, доводят объемы растворов водой до 20 $см^3$ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий SiO_2.

В каждый раствор прибавляют 0,5 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, 1 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 5 % и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 $см^3$ раствора щавелевой кислоты, 0,5 $см^3$ раствора соли Мора, перемешивая растворы после прибавления каждого реактива, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к контрольному раствору при длине волны 650—670 нм или на спектрофотометре при длине волны 810 нм, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

2.2. Проведение испытания

20 $см^3$ нейтрального анализируемого раствора (в случае необходимости нейтрализации анализируемого раствора применяют раствор серной кислоты с массовой долей 20 % или раствор аммиака в присутствии 1—2 капель раствора *n*-нитрофенола) помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 0,5 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, 1 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 5 % и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 $см^3$ раствора щавелевой кислоты и 0,5 $см^3$ раствора соли Мора, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Затем доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

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 SiO_2 в анализируемом реактиве в миллиграммах.

Окраска устойчива в течение шести часов.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.3. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в табл. 1.

Таблица 1

Найденная масса кремнекислоты, мг	d, мг	Δ, %
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	±30
Св. 0,010 » 0,030 »	0,003	±15
» 0,030 » 0,050 »	0,004	±10

2.4. Визуальное определение

Визуальное определение проводят в цилиндрах с пришлифованными пробками или конических колбах с метками.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по п. 1а.12. При этом наблюдаемая окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу кремнекислоты в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативно-технической документации норме на анализируемый реактив, и те же количества реактивов, что при фотометрическом определении.

2.3, 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПО СПОСОБУ 2

3.1а. Фотометрическое определение

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 25 см^3 каждая помещают растворы, содержащие 0,010; 0,020; 0,050; 0,075 и 0,100 мг SiO_2, доводят объемы растворов до 15 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий SiO_2.

В каждый раствор прибавляют 1 см^3 реактива А и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 см^3 раствора щавелевой кислоты, 1 см^3 реактива Б, перемешивая растворы после прибавления каждого реактива, доводят объем раствора водой до метки и помещают на 20 мин в водяную баню с температурой (60±2) °С, затем охлаждают до комнатной температуры.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к контрольному раствору при длине волны 650—700 нм или на спектрофотометре при длине волны 810 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

3.2. Проведение испытания

15 см^3 нейтрального анализируемого раствора (в случае необходимости нейтрализации анализируемого раствора применяют раствор серной (соляной) кислоты с массовой долей 20 % или раствор аммиака в присутствии 1—2 капель раствора *п*-нитрофенола или по лакмусовой бумаге) помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 25 см^3, прибавляют 1 см^3 реактива А и перемешивают. Через 10 мин прибавляют 1 см^3 раствора щавелевой кислоты и 1 см^3 реактива Б, перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Затем доводят объем раствора водой до метки и помещают на 20 мин в водяную баню с температурой (60±2) °С, после чего охлаждают до комнатной температуры.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно так же, как при построении градуировочного графика. По полученной оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу SiO_2 в анализируемом реактиве в миллиграммах.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведены в табл. 2.

Таблица 2

Найденная масса кремнекислоты, мг	*d*, мг	Δ, %
От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	±25
Св. 0,030 » 0,100 »	0,010	±10

3.4. Визуальное определение

Визуальное определение проводят в цилиндрах с пришлифованными пробками или конических колбах с метками.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по п. 1а.12. При этом наблюдаемая окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу кремнекислоты в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативно-технической документации норме на анализируемый реактив, и те же количества реактивов, что при фотометрическом определении.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПО СПОСОБУ 3

4.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в делительные воронки помещают растворы, содержащие 0,010; 0,025; 0,050 мг SiO_2 (pH 8—9). Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий SiO_2. В каждый раствор прибавляют из бюретки раствор соляной кислоты до pH 1,4 (необходимый объем раствора соляной кислоты определяют в отдельной пробе анализируемого раствора титрованием раствором соляной кислоты в присутствии 1—2 капель раствора пентаметоксикрасного или тропеолина 00) и доводят объем растворов водой до 35 $см^3$ (расчет добавляемого объема воды проводят по разности). Далее с каждым раствором поступают следующим образом: прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора, 2 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 2 % и перемешивают. Через 15 мин прибавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 40 %, перемешивают, прибавляют 10 $см^3$ бутанола-1 или изобутилового спирта, интенсивно встряхивают в течение 1 мин и выдерживают в течение 2 мин для расслоения. Водный слой сливают в другую делительную воронку и вновь экстрагируют 5 $см^3$ бутанола-1 или изобутилового спирта. Водный слой снова сливают, а органические слои объединяют и выдерживают в течение 5 мин для расслоения. Водный слой сливают, а органический помещают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Делительную воронку дважды промывают минимальным объемом бутанола-1 или метанола, сливая в ту же мерную колбу. К содержимому мерной колбы прибавляют 4 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 40 % и две капли раствора 2-водного хлорида олова (II), перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Затем доводят объем раствора бутанолом-1 или метанолом до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при максимальной длине волны 730 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.2. Проведение испытания

Слабощелочной анализируемый раствор (pH 8—9) помещают в делительную воронку, прибавляют из бюретки раствор соляной кислоты до pH 1,4 (необходимый объем раствора соляной кислоты определяют в отдельной пробе анализируемого раствора титрованием раствором соляной кислоты в присутствии 1—2 капель раствора пентаметоксикрасного или тропеолина 00), доводят объем раствора водой до 35 $см^3$ (расчет добавляемого объема воды проводят по разности), прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора, 2 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 2 % и перемешивают. Через 15 мин прибавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 40 %, перемешивают, прибавляют 10 $см^3$ бутанола-1 или изобутилового спирта, интенсивно встряхивают в течение 1 мин и выдерживают в течение 2 мин для расслоения. Водный слой сливают в другую делительную воронку и вновь экстрагируют 5 $см^3$ бутанола-1 или изобутилового спирта. Водный

слой снова сливают, а органические слои объединяют и выдерживают в течение 5 мин для расслоения. Водный слой сливают, а органический — помещают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Делительную воронку дважды промывают минимальным объемом бутанола-1 или метанола, сливая в ту же мерную колбу. К содержимому мерной колбы прибавляют 4 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 40 % и две капли раствора 2-водного хлорида олова (II), перемешивая раствор после прибавления каждого реактива. Затем доводят объем раствора бутанолом-1 или метанолом до метки и перемешивают. При наличии эмульсии прибавляют несколько капель этилового спирта.

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 SiO_2 в анализируемом реактиве в миллиграммах.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений (d) и допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведены в табл. 3.

Таблица 3

Найденная масса кремнекислоты, мг	d, мг	Δ, %
От 0,010 до 0,015 включ.	0,003	±80
Св. 0,015 » 0,025 »	0,003	±30
» 0,025 » 0,050 »	0,003	±20

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПО СПОСОБУ 4

(ИСО 6353-1—82 Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний)

5.1. Общие методы испытаний

5.2. Кремнекислота

Известный объем анализируемого раствора смешивают с 4,5 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 5 % и 1 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония с массовой долей 10 %. Через 5 мин добавляют 5 $см^3$ раствора щавелевой кислоты с массовой долей 5 % и еще через 5 мин добавляют 0,2 $см^3$ солянокислого раствора 2-водного хлорида олова (II) с массовой долей 2 %. Сравнивают интенсивность синей окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего раствора сравнения, содержащего кремнекислоту.

5.3. Растворы, используемые при испытаниях

Для приготовления растворов используют дистиллированную или деминерализованную воду.

5.3.1. *Основной раствор сравнения*

Раствор, содержащий кремнекислоту, готовят следующим образом: 1,00 г кремниевой кислоты, прокаленной при 900 °С, растворяют в 8 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 27 %, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г SiO_2.

5.3.2. *Разбавленные растворы сравнения*

Разбавленные растворы сравнения I, II и III готовят непосредственно перед использованием путем разбавления основного раствора сравнения (п. 4.1.1) в мерных колбах соответствующей вместимости, причем точное соотношение объемов должно составлять 1/10, 1/100 и 1/1000 соответственно.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

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. II, III

4. В стандарт введен СТ СЭВ 1435—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 6259—75	Разд. 1
ГОСТ 3118—77	Разд. 1	ГОСТ 6709—72	Разд. 1
ГОСТ 3765—78	Разд. 1	ГОСТ 6995—77	Разд. 1
ГОСТ 4204—77	Разд. 1	ГОСТ 10671.0—74	1а.1
ГОСТ 4212—76	Разд. 1	ГОСТ 18300—87	Разд. 1
ГОСТ 4234—77	Разд. 1	ГОСТ 22180—76	Разд. 1
ГОСТ 4517—87	Разд. 1	ГОСТ 24147—80	Разд. 1
ГОСТ 4919.1—77	Разд. 1	ГОСТ 25336—82	Разд. 1
ГОСТ 6006—78	Разд. 1	ГОСТ 25664—83	Разд. 1
ГОСТ 6016—77	Разд. 1	ГОСТ 27025—86	1а.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 20.10.92 № 1417

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в марте 1980 г., июне 1989 г., октябре 1992 г. (ИУС 5—80, 9—89, 1—93)

gost.e-ecolog.ru