

Введен в действие
Приказом Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии
от 9 ноября 2016 г. N 1642-ст

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ СУЛЬФАТОВ

Reagents. Methods for determination of sulfates impurity

ГОСТ 10671.5-2016

МКС 71.040.30

Дата введения
1 января 2018 года

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0-2015 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-2015 "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. N 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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2016 г. N 1642-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.5-2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.5-74

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе "Национальные стандарты", а текст изменений и поправок - в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

1. Область применения

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

- визуально-нефелометрический;
- фототурбидиметрический.

2. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4108-72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4145-74 Реактивы. Калий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4212-2016 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4517-2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163-76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10164-75 Реактивы. Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 10671.0-2016 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов

<*> ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия

<*> На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878-2013 "Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный. Технические условия".

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3. Сущность методов

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

4. Общие требования

4.1 Общие требования к методам 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 сульфат-ионов 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).

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

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

4.6 Для фильтрования растворов применяют обеззоленные фильтры "синяя лента", промытые горячей водой.

4.7 При необходимости растворы нейтрализуют растворами аммиака или соляной кислоты по универсальной индикаторной бумаге, если в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив отсутствуют другие указания (проба на вынос).

4.8 При наличии опалесценции в анализируемом растворе определение проводят фототурбидиметрическим методом, с введением поправки на значение оптической плотности анализируемого реактива.

5. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

Бария хлорид по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20%; готовят по ГОСТ 4517.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145; раствор готовят следующим образом: 0,02 г сернокислого калия растворяют в смеси 30,0 см³ этилового спирта и 70,0 см³ воды.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы с массовой долей 10% и 25%; готовят по ГОСТ 4517.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Раствор массовой концентрации сульфат-ионов SO_4^{2-} 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ SO_4 .

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бюретка 1(2)-1(2)-1-25(50) 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 1(2)-1(2)-1-1(2, 5, 10, 20, 25) по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1(2)-50 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100-2 по ГОСТ 1770.

6. Визуально-нефелометрический метод

6.1 Определение по способу 1

6.1.1 25,0 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в стакан или коническую колбу, прибавляют 1,0 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, 3,0 см³ раствора крахмала и 3,0 см³ раствора хлорида бария, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

6.1.2 Одновременно аналогичным образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфат-ионов, указанную в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

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

Допускается применение 2 см³ этиленгликоля в качестве стабилизатора.

6.2 Определение по способу 2 (с затравкой)

6.2.1 К затравочному раствору, состоящему из 0,25 см³ раствора сернокислого калия и 1,0 см³ раствора хлорида бария, прибавляют 20,0 см³ анализируемого раствора, подкисленного 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25%.

6.2.2 Одновременно аналогичным образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфат-ионов, указанную в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

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

6.3 Определение по способу 3

6.3.1 46,0 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1,0 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25%, 3,0 см³ раствора хлорида бария, затем в течение 30 с тщательно перемешивают.

6.3.2 Одновременно аналогичным образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфат-ионов, указанную в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

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

7. Фототурбидиметрический метод

7.1 Построение градуировочного графика

7.1.1 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^{2-} , доводят объемы растворов водой до 25 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий SO_4^{2-} .

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

7.1.2 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 раствора 50 мм.

Допускается измерять оптическую плотность растворов при длине волны (400 +/- 10) нм. В данном случае оптическую плотность анализируемого раствора следует измерять также при этой же длине волны.

По полученным данным строят градуировочный график.

7.2 Проведение анализа

7.2.1 $25,0 \text{ см}^3$ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в коническую колбу, прибавляют $1,0 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, $3,0 \text{ см}^3$ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Далее прибавляют $3,0 \text{ см}^3$ 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-ионов в анализируемом растворе в миллиграммах.

Допускается применение 2 см^3 этиленгликоля в качестве стабилизатора.

7.2.2 При анализе окрашенных солей, а также в том случае, если анализируемый раствор имеет опалесценцию или прицветку, определение проводят, как описано в 7.2.1. При этом контрольный раствор готовят следующим образом: к $25,0 \text{ см}^3$ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора прибавляют $1,0 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 10%, $3,0 \text{ см}^3$ раствора крахмала, тщательно перемешивают в течение 1 мин, а затем прибавляют $3,0 \text{ см}^3$ воды.

7.2.3 Определение сульфат-ионов в солях одно- и двухвалентных металлов производят из навесок массой не более 0,50 г (в этом случае влияние ионной силы раствора в условиях определения не сказывается).

7.2.4 При определении сульфат-ионов в солях трех- и четырехвалентных металлов градуировочный график следует строить по растворам сравнения, содержащим анализируемый реактив без сульфат-ионов, при этом методика его приготовления должна быть изложена в нормативном документе или технической документации на данный реактив. При использовании градуировочного графика, построенного по 7.1, навеска анализируемого реактива должна быть подобрана экспериментально.

7.3 Обработка результатов

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 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
