Введен в действие
Приказом Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от 7 ноября 2016 г. N 1601-ст

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ КАРБОНАТОВ

Reagents. Method for determination of carbonates impurity

ГОСТ 10671.8-2016

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
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2016 г N 1601-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.8-2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.8-74

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 неорганические реактивы и устанавливает метод определения примеси карбонатов при их содержании в навеске анализируемого реактива в пределах от 0,02 до 0,10 мг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы 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 4107-78 Реактивы. Бария гидроокись 8-водная. Технические условия

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

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. 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 4919.1-77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5955-75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6755-88 Поглотитель химический известковый ХП-И. Технические условия

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

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

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на предварительной отгонке диоксида углерода из раствора реактива, поглощенного водой, и последующем взаимодействии полученного раствора с раствором гидроксида бария.

4 Общие требования

Общие требования к методам анализа - по ГОСТ 10671.0.

5 Аппаратура, реактивы и растворы

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25%, не содержащий углекислоты, готовят по ГОСТ 4517.

Бария хлорид 2-водный по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20%, готовят по ГОСТ 4517.

Бария гидроокись 8-водная по ГОСТ 4107, раствор с массовой долей 3,5% готовят следующим образом: 3,5 г бария гидроксида помещают в колбу вместимостью 250 $см^3$ и прибавляют 96,5 $см^3$ свежеприготовленной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой, в которую вставлена трубка с химическим известковым поглотителем, растворяют содержимое при частом встряхивании и оставляют в покое на сутки. После отстаивания прозрачный раствор декантируют в колбу, содержащую небольшое количество бензола или пентана для создания защитного слоя от попадания диоксида углерода. Если при хранении раствора выделяется осадок, необходимо раствор фильтровать перед каждым употреблением.

Бензол по ГОСТ 5955 или пентан.

Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода, готовят по ГОСТ 4517.

м-Нитрофенол (индикатор), раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

Поглотитель химический известковый ХП-И по ГОСТ 6755.

Раствор массовой концентрации диоксида углерода (CO_2) 1 $мг/см^3$ готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением водой, не содержащей диоксид углерода, готовят раствор массовой концентрацией 0,01 $мг/см^3$ CO_2.

Кислота серная по ГОСТ 4204 концентрированная и раствор с массовой долей 20%;

готовят по ГОСТ 4517.

Колба К-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Переход П2П-29/32-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Воронка ВК-50ХС по ГОСТ 25336.

Каплеуловитель КО-14/23-60 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1-100-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Изгиб И $\angle 105°$ КМ-19/26-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-100-2 и 4-100-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-100 ТС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1(2)-250-19/26 (24/29) ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка 1(2)-2-1-5 по ГОСТ 29227.

6 Проведение анализа

6.1 Собирают прибор для отгонки, состоящий из круглодонной колбы с капельной воронкой и холодильника с каплеуловителем. В колбу прибора помещают 100 см^3 воды, 2 см^3 концентрированной серной кислоты и несколько стеклянных бусинок (для равномерного кипения). В качестве приемника сначала применяют стакан, содержащий 50 см^3 воды (при этом конец отводной трубки прибора должен быть опущен в воду). Содержимое колбы кипятят в течение 10 мин для удаления диоксида углерода из системы. Затем, продолжая кипячение, убирают приемник, омывают конец отводной трубки небольшим количеством воды и быстро подставляют новый приемник - мерный цилиндр, содержащий 20 см^3 воды и 5 см^3 пентана или бензола (в качестве защитного слоя). Необходимо следить за тем, чтобы конец отводной трубки всегда был погружен в водную фазу раствора.

6.2 50 см^3 нейтрального анализируемого раствора (в случае необходимости нейтрализации анализируемого раствора применяют раствор серной кислоты с массовой долей 20% или раствор аммиака, в присутствии одной-двух капель индикатора *м*-нитрофенола) прибавляют в колбу прибора через воронку по каплям во избежание переброса жидкости при непрерывном кипячении, затем таким же образом прибавляют 50 см^3 воды. Необходимо следить за тем, чтобы в воронке всегда находился защитный слой пентана или бензола. Перегонка заканчивается, когда объем дистиллята в цилиндре достигнет 100 см^3, после чего приемник отсоединяют и быстро закрывают пробкой.

6.3 Одновременно с анализируемым раствором готовят раствор сравнения таким же образом, в таких же условиях и содержащий в таком же объеме: количество миллиграммов углекислого газа CO_2, указанное в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

К анализируемому раствору и раствору сравнения прибавляют одновременно по 5 см^3 раствора гидроокиси бария, следя за тем, чтобы конец пипетки погружался под защитный слой.

Наблюдаемая через 20 мин на темном фоне опалесценция анализируемого раствора не должна быть интенсивнее опалесценции раствора сравнения.

6.4 В случае определения примеси карбонатов в не растворимых в воде реактивах навеску реактива переносят в колбу, смывая при помощи 50 $см^3$ воды.

6.5 Для поглощения диоксида углерода допускается использовать раствор, содержащий 20 $см^3$ воды и 1 $см^3$ раствора аммиака, к которому затем прибавляют 1 $см^3$ раствора бария хлорида.

6.6 Вместо защитного слоя бензола или пентана капельную воронку и приемник допускается закрывать пробками с трубками, наполненными химическим известковым поглотителем.

6.7 Если в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив норма по содержанию карбонатов не установлена, допускается проводить определение качественно - по отсутствию выделения пузырьков диоксида углерода.