

Изменение № 2 ГОСТ 10671.6—74 Реактивы. Методы определения содержания примеси фосфатов

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 12.06.89 № 1536

Дата введения 01.01.90

Стандарт дополнить индексом: УДК 54—41: 543.06: 006.354.

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2609.

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункты 1а.1—1а.4 изложить в новой редакции: «1а.1. Общие указания и требования к методам анализа — по ГОСТ 27025—86 и ГОСТ 10671.0—74.

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

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

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

1а.3. Масса фосфатов в навеске анализируемого реактива должна быть: 0,002—0,020 мг при определении по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой;

0,01—0,10 мг при определении по желтой окраске фосфорнованадиево-молибденового комплекса.

1а.4. При взвешивании навески анализируемого реактива и навесок реактивов для приготовления растворов, используемых при анализе, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Пункт 1а.7. Заменить слова: «предусматривают в стандарте» на «должны быть предусмотрены в нормативно-технической документации».

Раздел 1а дополнить пунктами — 1а.12, 1а.13: «1а.12. Для нейтрализации применяют растворы аммиака или соляной (азотной) кислоты по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), если в нормативно-технической документации на анализируемый реактив нет других указаний.

1а.13. При визуальном определении готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси фосфатов соответствует норме, во втором составляет 0,5 нормы, в третьем — 2 нормы. Если масса фосфатов в растворе сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, указанные в п. 1а.3, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий».

Разделы 1, 3 изложить в новой редакции:

«1. Метод определения по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой

Метод основан на образовании фосфорномолибденового комплекса и последующем восстановлении его аскорбиновой кислотой до молибденовой сини.

Масса кремнекислоты в анализируемой пробе не должна превышать 0,1 мг SiO_2 .

1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10), 6(7)—2—25 и 2(3)—2—20 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25(50) и 2—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор с массовой долей 5 %.

(Продолжение см. с. 192)

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий сурьма (III) оксид тартрат (калий антимонил виннокислый) 0,5-водный по ТУ 6—09—08—1958—88, раствор с массовой долей 0,3 %, свежеприготовленный.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2 %, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 22 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

Смесь реактивов; готовят следующим образом: к 50 см³ раствора серной кислоты прибавляют 15 см³ раствора молибденовокислого аммония, 5 см³ раствора 0,5-водного виннокислого антимонилла калия, 30 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 25 см³ воды и перемешивают. Раствор устойчив в течение суток.

Раствор, содержащий PO₄; готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением его готовят растворы, содержащие 0,01 мг/см³ и 0,005 мг/см³ PO₄. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

1.2. Фотометрическое определение

1.2.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы помещают растворы, содержащие 0,002; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 мг PO₄ доводят объемы растворов водой до 20 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий PO₄.

В каждый раствор прибавляют 4 см³ раствора смеси реактивов, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 670—730 нм λ_{\max} (720 нм) в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм или на спектрофотометре при максимальной длине волны 880 нм в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

1.2.2. Проведение анализа

20 см³ нейтрального анализируемого раствора помещают пипеткой в мерную или коническую колбу, прибавляют 4 см³ раствора смеси реактивов, доводят объем раствора водой до метки (или прибавляют 1 см³ воды при проведении анализа в конической колбе) и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному, приготовленному одновременно так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу фосфатов в анализируемом реактиве в миллиграммах.

Окраска устойчива в течение 2 ч.

1.3. Визуальное определение

Визуальное определение проводят в конических колбах вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³) или в цилиндрах.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по п. 1а.13. При этом наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу фосфатов в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативно-технической документации норме на анализируемый реактив и те же количества реактивов, что и при фотометрическом определении.

1.4. Обработка результатов

За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми (d) не превышает допустимое расхождение, указанное в табл. 1.

(Продолжение см. с. 193)

Допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) результата анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ приведена в табл. 1.

Таблица 1

Найденная масса фосфатов, мг	d , мг	Δ , %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0005	± 15
Св. 0,005 до 0,020 »	0,001	± 10

3. Метод определения по желтой окраске фосфорнованадиево-молибденового комплекса

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

Масса кремнекислоты в анализируемой пробе не должна превышать 0,5 мг SiO_2 .

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы
Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—50—18(22) ТХС или Кн-1—50—14/23 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

n-Нитрофенол, раствор с массовой долей 0,2 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Реактив для определения фосфатов; готовят по ГОСТ 4517—87.

Раствор, содержащий PO_4 ; готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг PO_4 в 1 см³. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

3.2. Фотометрическое определение

3.2.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы помещают растворы, содержащие 0,01; 0,02; 0,05; 0,08; 0,10 мг PO_4 , доводят растворы до объема около 12 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий PO_4 .

В каждый раствор прибавляют 10 см³ раствора реактива для определения фосфатов, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 400—440 нм или спектрофотометре при длине волны 410 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

3.2.2. Проведение анализа

15 см³ нейтрального анализируемого раствора (для нейтрализации применяют раствор азотной кислоты или раствор аммиака в присутствии 1—2 капель раствора *n*-нитрофенола), помещают в мерную колбу, прибавляют 10 см³ реактива для определения фосфатов и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному, приготовленному так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу фосфатов в анализируемом реактиве в миллиграммах.

3.3. Визуальное определение

Визуальное определение проводят в конических колбах вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³) или цилиндрах с пришлифованными пробками.

(Продолжение см. с. 194)

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по п. 1а.13. При этом наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу фосфатов в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативно-технической документации норме на анализируемый реактив и те же количества реактивов, что и при фотометрическом определении.

3.4. Обработка результатов

За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми (d) не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 3.

Допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) результата анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ приведена в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Найденная масса фосфатов, мг	d , мг	Δ , %
От 0,01 до 0,05 включ.	0,004	± 30
Св. 0,05 до 0,08 »	0,005	± 20
» 0,08 до 0,10 »	0,01	± 10

Приложение исключить.

(ИУС № 9 1989 г.)