

Изменение № 2 ГОСТ 10671.5—74 Реактивы. Методы определения содержания примеси сульфатов

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.10.88 № 3490

Дата введения 01.07.89

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Реактивы. Методы определения примеси сульфатов.

Reagents. Methods for the determination of sulfates».

Под наименованием стандарта проставить код ОКСТУ 2609.

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси сульфатов: визуально-нефелометрический и фототурбидиметрический»;

второй абзац. Заменить слова: «сернокислого бария» на «сульфата бария»; третий, четвертый абзацы исключить.

Пункт 1а.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 804—77 на ГОСТ 27025—86.

Пункты 1а.2—1а.4, 1а.6, 1а.7 изложить в новой редакции: «1а.2. Масса навески анализируемого реактива, проведение предварительной обработки навески, масса сульфатов в растворах сравнения должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

1а.3. Масса сульфатов 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).

1а.4. При взвешивании навески анализируемого реактива и навесок реактивов для приготовления растворов, применяемых для анализа, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

1а.6. Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть рассмотрены в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

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

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

1а.7. Для фильтрования растворов применяют обеззоленные фильтры «синяя лента», промытые горячей водой».

Пункт 1а.8 дополнить словами: «(проба на вынос)»; заменить слово: «в стандарте» на «в нормативно-технической документации».

Пункт 1а.9. Заменить слова: «заканчивают фотометрически» на «проводят фототурбидиметрическим методом».

Пункт 1а.10 исключить.

Пункт 1а.12. Заменить слова: «примесей анионов» на «примеси сульфатов», «соответствующие анионы» на «сульфаты».

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Реактивы, растворы, посуда и приборы

Барий хлористый (бария хлорид) по ГОСТ 4108—72, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517—87.

(Продолжение см. с. 248)

Калий серноокислый (калия сульфат) по ГОСТ 4145—74, раствор готовят следующим образом: 0,02 г сульфата калия растворяют в смеси 30,0 см³ этанола и 70,0 см³ воды.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, растворы с массовой долей 10 % и 25 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517—87 или этиленгликоль по ГОСТ 10164—75.

Спирт этиловый (этанол) ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Раствор содержащий SO₄; готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см³ SO₄.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бюретка 1(2)—2—25(50)—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Колбы Кн-1—50(100)—14/23(19/26; 24/29; 29/32), Кн-2—50(100)—18(22; 34) ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Стаканы В-1(2)—50 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или другой с аналогичными метрологическими характеристиками или спектрофотометр»

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «2. Визуально-нефелометрический метод».

Пункт 2.1. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции: «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.

Одновременно таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфатов, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

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

третий абзац исключить.

Пункты 2.1.1—2.1.4 исключить.

Пункт 2.3 изложить в новой редакции:

«2.3. Определение по способу 2 (с затравкой)

К затравочному раствору, состоящему из 0,25 см³ раствора сульфата 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 %.

Одновременно таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфатов, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

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

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.4:

«2.4. Определение по способу 3

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.

Одновременно таким же образом готовят раствор сравнения, содержащий в таком же объеме массу сульфатов, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и те же объемы растворов реактивов.

(Продолжение см. с. 249)

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

Пункт 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «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 ; доливают объемы растворов водой до 25 см³ и перемешивают»;

третий абзац изложить в новой редакции: «В каждый раствор прибавляют 1,0 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 см³ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем прибавляют 3,0 см³ раствора хлорида бария, снова перемешивают в течение 1 мин, а затем перемешивают периодически, через каждые 10 мин»;

дополнить абзацем (перед последним):

«Допускается измерять оптическую плотность растворов при длине волны (400±10) нм. В этом случае оптическую плотность анализируемого раствора следует измерять также при этой же длине волны».

Пункт 3.2. Наименование изложить в новой редакции: «3.2. Проведение анализа»;

первый абзац изложить в новой редакции:

«25,0 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора помещают в коническую колбу, прибавляют 1,0 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 см³ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем прибавляют 3,0 см³ раствора хлорида бария, снова перемешивают в течение 1 мин, а затем перемешивают периодически, через каждые 10 мин»;

второй абзац. Заменить слова: «содержание сульфатов в анализируемом реактиве» на «массу сульфатов в анализируемом растворе в миллиграммах».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции: «3.3. При анализе окрашенных солей, а также если анализируемый раствор имеет опалесценцию или прицветку, определение проводят, как описано в п. 3.2, при этом контрольный раствор готовят следующим образом: к 25,0 см³ нейтрального по универсальной индикаторной бумаге анализируемого раствора прибавляют 1,0 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, 3,0 см³ раствора крахмала, тщательно перемешивают в течение 1 мин, а затем прибавляют 3,0 см³ воды».

(Продолжение см. с. 250)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10671.5—74)

Пункт 3.4. Заменить значение: 0,5 г на 0,50 г; после слов «ионной силы» дополнить словом: «раствора».

Пункт 3.5 изложить в новой редакции: «3.5. При определении сульфатов в солях трех- и четырехвалентных металлов градуировочный график следует строить по растворам сравнения, содержащим анализируемый реактив без сульфатов, при этом методика его приготовления должна быть изложена в нормативно-технической документации на этот реактив. При использовании градуировочного графика, построенного по п. 3.1, навеска анализируемого реактива должна быть подобрана экспериментально».

Пункт 3.6 исключить.

Пункт 3.7 изложить в новой редакции: «3.7. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, указанное в таблице.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ представлена в таблице.

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 до 0,10 включ.	25	±15

Справочное приложение исключить,

(ИУС № 1 1989 г.)