ГОСТ 29334—92

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ, НЕРАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ И ДРУГИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

УДК 543-41:542.2:006.354 Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Метод определения компонентов, нерастворимых в воде и других растворителях

ГОСТ 29334—92

Reagents. Method for determination of components insoluble in water and other dissolvents

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы, содержащие от 0,001 до 1,0 % массовых долей нерастворимых в воде и других растворителях компонентов (веществ), и устанавливает метод их определения.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в растворении пробы в воде и других растворителях при определенных условиях, последующем фильтровании, высушивании и взвешивании нерастворимого остатка.

2. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ИСПЫТАНИЙ (АНАЛИЗА)

2.1. Интервал определения нерастворимых в воде и других растворителях компонентов (нерастворимого остатка) составляет от 0,001 до 1,0 % массовых долей.

2.2. Масса нерастворимого компонента (нерастворимого остатка) должна быть не менее 1 мг.

2.3. Масса навески испытуемого реактива, масса нерастворимого остатка, наименование растворителя, температура растворения, время растворения, состав, объем и температура промывного раствора, применяемый фильтрующий тигель, метод установления окончания промывания и другие конкретные сведения должны быть указаны в нормативно-технической документации на испытуемый реактив.

2.4. Результат взвешивания навески записывают в граммах с точностью до второго десятичного знака. При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛКТ-500 г и ВЛЭ-200 г.

2.5. Результаты взвешивания высушенного пустого тигля и высушенного тигля с нерастворимым остатком записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200 г.

2.6. Высушивание пустого тигля и тигля с нерастворимым остатком до постоянной массы проводят в сушильном шкафу при температуре 105—110 °С. Охлаждение до комнатной температуры перед взвешиванием — в эксикаторе, заполненном обезвоженным хлоридом кальция. Время охлаждения — около 60 мин.

2.7. Воду или другой растворитель, применяемый для растворения, отмеряют цилиндром или мензуркой.

2.8. Общие указания по проведению испытаний (анализа) — по ГОСТ 27025.

2.9. Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

3. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Баня водяная.

Насос вакуумный или водоструйный.

Термометр со шкалой до 150 °С и ценой деления 1 °С.

Шкаф сушильный с регулированием температуры от (105 ± 2) до (110 ± 2) °С.

Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336.

Пипетки по ГОСТ 29227.

Тигель фильтрующий типа ТФ с фильтром класса ПОР10 или ПОР16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр или мензурки по ГОСТ 1770.

Эксикаторы по ГОСТ 25336.

Барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлорид обезвоженный по ТУ 6—09—4711.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277; раствор с массовой долей около 1,7 % или раствор молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.3 без определения коэффициента поправки.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ АНАЛИЗА

4.1. Взвешенную пробу помещают в стакан и растворяют в соответствии с указаниями в нормативно-технической документации на реактив. Раствор фильтруют под вакуумом через стеклянный фильтрующий тигель, предварительно доведенный до постоянной массы (охлаждают в эксикаторе) и взвешенный. Нерастворимый остаток высушивают до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4.2. При необходимости промывают нерастворимый остаток до отрицательной реакции на ионы хлора. Для этого в стакан вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 фильтрата, добавляют 1 см^3 раствора азотной кислоты и 1 см^3 раствора азотнокислого серебра. Наблюдаемая по истечении 15 мин опалесценция испытуемого раствора не должна быть интенсивнее опалесценции раствора сравнения. Раствор сравнения готовят одновременно с испытуемым раствором, добавляя 10 см^3 дистиллированной воды вместо фильтрата.

4.3. При необходимости промывают нерастворимый остаток до отрицательной реакции на ионы сульфата. Для этого в стакан вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 фильтрата (если необходимо, его нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге) и к нейтральному раствору добавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты и 3 см^3 раствора хлористого бария. Наблюдаемая по истечении 20 мин опалесценция испытуемого раствора не должна быть интенсивнее опалесценции раствора сравнения. Растворы сравнения готовят одновременно с испытуемым раствором, добавляя 10 см^3 дистиллированной воды вместо фильтрата.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ АНАЛИЗА

Массовую долю нерастворимых в воде и других растворителях компонентов (веществ) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} 100,$$

где m_1 — масса тигля с высушенным нерастворимым остатком, г;

m_2 — масса пустого тигля, г;

m — масса испытуемой пробы, г.

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

Массовая доля нерастворимого остатка, г	Δ, %
От 0,001 до 0,003	± 45
Св. 0,003 » 0,005	± 40
» 0,005 » 0,01	± 30
» 0,01 » 0,10	± 20
» 0,10 » 1,0	± 10

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений указывают в нормативно-технической документации на продукцию.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК 131 «Реактивы и особо чистые химические вещества»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта от 30.03.92 № 328

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1277—75	3
ГОСТ 1770—74	3
ГОСТ 3118—77	3
ГОСТ 4108—72	3
ГОСТ 4461—77	3
ГОСТ 4517—87	3
ГОСТ 6709—72	3
ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 25794.3—83	3
ГОСТ 27025—86	2.8
ГОСТ 29227—91	3
ТУ 6—09—4711—81	3

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2008 г.