

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
10671.6—
2016

НИФСиТР ЦСМ при МЭ КР
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси фосфатов

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 12288
1 июля 2016 г.



Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Союз Евразийских Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия», Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. №49-2016)

За принятие стандарта 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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 В настоящем стандарте реализовано положение (раздел 6) международного стандарта ISO 6353-1:1982 «Reagents for chemical analysis – Part 1. General test methods» (реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний)

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.6-74

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси фосфатов

Reagents. Methods for determination of phosphates impurity

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси фосфатов в неокрашенных растворах реактивов:

- по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой;
- по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса;
- по окраске молибденовой сини с восстановлением 2-водным хлоридом олова (II).

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. Цилинды, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реагентов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. 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

П р и м е ч а н и е — 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 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 10671.0.

Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в нормативном документе или технической документации на анализируемый реагент.

3.2 Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов, по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.3 Масса фосфат-ионов в навеске анализируемого реагента 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 фосфорнованадиевомолибденового комплекса;

- 0,002—0,050 мг при определении по окраске молибденовой сини с восстановлением 2-водным хлоридом олова (II).

3.4 При проведении определения после добавления каждого реагента растворы перемешивают.

3.5 Для нейтрализации применяют растворы аммиака или соляной (азотной) кислоты по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), если в нормативном документе или технической документации на анализируемый реагент отсутствуют другие указания.

3.6 При визуальном определении (кроме метода, описанного в разделе 6) готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси фосфат-ионов соответствует норме, во втором составляет половину нормы, в третьем — две нормы. Если масса фосфат-ионов в растворе сравнения (половина нормы или две нормы) не укладывается в пределы, указанные в 3.3, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

4 Метод определения по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой

4.1 Сущность метода

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 SiO₂.

4.2 Аппаратура, реагенты и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

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

Пипетки 1(2)—1(2)—1—1(2,5,10,25) по ГОСТ 29227.

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

Аммоний молибденокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий-сурьма (III) оксид тартрат (калий-антимонил виннокислый) 0,5-водный, раствор с массовой долей 0,3 %, свежеприготовленный.

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

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

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

Раствор, массовой концентрацией фосфат-ионов PO₄³⁻ 1 мг/дм³; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,01 и 0,005 мг/см³ PO₄. Разбавленные растворы применяют свежеприготовленными.

4.3 Фотометрическое определение

4.3.1 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.