

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РЕАКТИВЫ

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ,
НЕРАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ И ДРУГИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2008

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 2609Дата 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.

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 $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³, 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 см³ помещают 10 см³ фильтрата, добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ 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 см³ дистиллированной воды вместо фильтрата.

4.3. При необходимости промывают нерастворимый остаток до отрицательной реакции на ионы сульфата. Для этого в стакан вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ фильтрата (если необходимо, его нейтрализуют по универсальной индикаторной бумаге) и к нейтральному раствору добавляют 1 см³ раствора соляной кислоты и 3 см³ 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 см³ 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.

С. 3 ГОСТ 29334—92

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.**