
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
10671.2—
2016

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси нитратов

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации, материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

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

За принятие 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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2016 г. № 1600-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.2—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.2—74

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси нитратов

Reagents. Methods for determination of nitrates impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси нитратов:

- визуальный метод с применением индигокармина (метод 1);
- фотометрический метод с применением салициловокислого натрия (метод 2).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10671.0—2016 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный документ 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.

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

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

3.4 Масса нитрат-ионов в навеске анализируемого реактива должна быть в пределах:

- 0,005—0,030 мг — при определении методом 1;
- 0,005—0,050 мг — при определении методом 2.

4 Метод с применением индигокармина (метод 1)

4.1 Сущность метода

Метод основан на способности раствора индигокармина обесцвечиваться нитрат-ионами в серно-кислой среде. Окраску анализируемого раствора сравнивают визуально с окраской раствора сравнения, содержащего определенную массу нитрат-ионов.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1(2)—1—1—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2—750—40 ТХС, Кн-2—50(100)—22 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Цилиндры 1(3)—50—2, 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Индигокармин (индигосульфат натрия) с установленным содержанием основного вещества, которое определяют следующим образом: приблизительно 0,2500 г индигокармина помещают в коническую колбу вместимостью 750 см³, растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 1 см³ концентрированной серной кислоты, перемешивают до полного растворения индигокармина, доводят объем раствора водой до 600 см³ и титруют раствором марганцовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в коричнево-желтую [1 см³ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно с (1/5 KMnO₄) = 0,1 моль/дм³ соответствует 0,01165 г индигокармина].

Индигокармина (индигосульфат натрия) раствор, готовят по 4.2.1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации с (1/5 KMnO₄) = 0,1 моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 16 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 5 %.

Раствор массовой концентрации нитрат-ионов (NO₃) 1 мг/см³ готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации нитрат-ионов 0,01 мг/см³ NO₃. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

4.3 Подготовка к проведению анализа

4.3.1 Приготовление раствора индигокармина

0,20 г индигокармина растворяют в 500 см³ раствора серной кислоты в мерной колбе, прибавляют 20 см³ соляной кислоты и доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты.

При массовой доле основного вещества менее 95 % массу навески индигокармина m , г, вычисляют по формуле

$$m = 0,20 \frac{100}{X}, \quad (1)$$

где X — фактическая массовая доля индигокармина, %.

Раствор индигокармина хранят в темном месте: пригодность раствора проверяют через каждые 14 дней (см. 4.3.2).

4.3.2 Проверка пригодности раствора индигокармина

В две конические колбы вместимостью 50 или 100 см³ каждая помещают растворы, содержащие 0,030 и 0,035 мг NO₃, доводят объемы растворов водой до 10 см³, прибавляют при перемешивании 1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина, 12 см³ концентрированной серной кислоты и оставляют в покое на 5 мин.

Голубая окраска раствора, содержащего 0,030 мг NO₃, должна быть темнее раствора, содержащего 0,035 мг NO₃.

4.3 Проведение анализа

Навеску анализируемого реактива помещают в коническую колбу вместимостью 50 или 100 см³ и растворяют в 10 см³ воды. К раствору прибавляют при перемешивании 1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

Наблюдаемая через 5 мин окраска анализируемого раствора не должна быть слабее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме: массу нитрат-ионов в миллиграммах, указанную в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив, 1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

5 Метод с применением салициловокислого натрия (метод 2)

5.1 Сущность метода

Метод основан на реакции нитрования салициловокислого натрия в сернокислой среде. Образующееся нитросоединение приобретает в щелочной среде желтую окраску, интенсивность которой определяют фотометрически. Для разрушения мешающей определению примеси NO₂ применяют карбамид.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТХС или стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Карбамид по ГОСТ 6691, раствор с массовой долей 20 %.

Натрий салициловокислый, фармакопейный, раствор с массовой долей 10 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор массовой концентрации нитрат-ионов (NO₃) 1 мг/см³, готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации NO₃ 0,1 мг/см³.

5.3 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в сухие мерные колбы помещают раствор*, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг NO₃. Доводят объемы растворов водой до 0,75 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий NO₃.

В каждый раствор прибавляют 0,5 см³ раствора карбамида, 0,25 см³ раствора салициловокислого натрия и осторожно, при перемешивании, 3 см³ серной кислоты. Растворы выдерживают в течение 5 мин, не охлаждая, затем осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 см³ воды и охлаждают 20 см³ раствора гидроокиси натрия, доводят объем растворов водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длине волны 415 нм или фотоэлектроколориметре при длине волны 400—420 нм в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

* С массовой концентрацией нитрат-ионов 0,1 мг/см³ объемом 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 см³.

5.4 Проведение анализа

Навеску анализируемого реактива (не более 1,00 г) помещают в сухую мерную колбу, смачивают 0,75 см³ воды, прибавляют 0,5 см³ раствора карбамида, 0,25 см³ раствора салициловокислого натрия и осторожно, при перемешивании, 3 см³ серной кислоты. Раствор выдерживают в течение 5 мин, не охлаждая, осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 см³ воды и 20 см³ раствора гидроокиси натрия, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, приготовленному так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу NO₃ в анализируемом реактиве.

Окраска устойчива в течение 1 сут.

5.5 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение *d*, указанное в таблице 1.

Допускаемые относительные суммарные погрешности результатов анализа Δ при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

Найденная масса нитрат-ионов, мг	<i>d</i> , мг	Δ , %
От 0,005 до 0,010 включ.	0,003	±35
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	±15
» 0,020 » 0,030 »	0,003	±10
» 0,030 » 0,050 »	0,006	±10

5.6 Если анализируемый реактив имеет щелочную реакцию или разлагается серной кислотой, то увеличивают количество серной кислоты для проведения реакции нитрования и соответственно — количество раствора гидроокиси натрия, что должно быть указано в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

5.7 Если анализируемый реактив имеет плохую растворимость в воде, то реакцию нитрования проводят в конической колбе или стакане в следующих условиях: к навеске анализируемого препарата (не более 2 г) прибавляют 4 см³ воды, 0,5 см³ раствора карбамида, 0,5 см³ раствора салициловокислого натрия и 7 см³ серной кислоты. Через 5 мин объем раствора доводят водой до 100 см³. 25 см³ полученного раствора (соответствуют 1/4 части первоначальной навески реактива) помещают пипеткой в мерную колбу, прибавляют 13 см³ раствора гидроокиси натрия, объем раствора доводят водой до метки и фотометрируют. Градуировочный график строят в таких же условиях, с тем расчетом, чтобы в 25 см³ приготовленного раствора содержалось 0,01—0,05 мг NO₃.

5.8 Если анализируемый раствор мутный или в нем наблюдается опалесценция, в результате определения вводят поправку, для чего измеряют в условиях определения оптическую плотность раствора навески анализируемого реактива (из которой проводилось определение) в 50 см³ воды. Оптическую плотность измеряют по отношению к воде и полученную величину вычитают из оптической плотности анализируемого раствора.

5.9 В случае невозможности проведения окончания определения в среде раствора гидроокиси натрия допускается заканчивать определение в аммиачной среде, о чем должно быть указано в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив. Аммиак следует прибавлять в избытке, равном 10 см³ раствора аммиака сверх объема, необходимого для нейтрализации серной кислоты. Градуировочный график в этом случае строят в таких же условиях.

При окончании определения в аммиачной среде, при необходимости, в результат анализа вводят поправку на оптическую плотность раствора сравнения, содержащего примесь железа в количествах, найденных в навеске анализируемого реактива. Определение проводят в условиях методики определения нитратов. Полученное значение оптической плотности вычитают из оптической плотности анализируемого раствора.

5.10 При определении нитратов в солях амфотерных металлов объем раствора гидроокиси натрия увеличивают, прибавляя его до растворения выпавшего вначале осадка.

УДК 54—41:543.06:006.354

МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение нитратов

Редактор *И.А. Косоруков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 11.11.2016. Подписано в печать 13.12.2016. Формат 60 × 84^{1/8}. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84. Тираж 38 экз. Зак. 3134.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru