

ГОСТ 10671.2—74

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ НИТРАТОВ

Издание официальное



**Москва
Стандартинформ
2007**

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси нитратов

Reagents. Methods for determination of nitrates

ГОСТ
10671.2—74МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609Дата введения 01.07.75

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).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а. Общие указания

1а.1. Общие указания и требования к методам анализа — по ГОСТ 27025 и ГОСТ 10671.0.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

1а.2. Масса навески анализируемого реактива, проведение предварительной обработки навески, масса нитратов в растворах сравнения, соответствующая норме, должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

1а.1, 1а.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1а.3. Масса нитратов 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.

1а.4. Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

1а.3, 1а.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1а.5. 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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.6. **(Исключен, Изм. № 2).**

1а.7. Если при растворении или разложении навески анализируемого реактива применяют реактивы, в состав которых входит примесь нитратов, то вводят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.8. При хранении растворов реактивов (если нет указаний об ограничении сроков хранения их) в случае помутнения, образования хлопьев или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

С. 2 ГОСТ 10671.2—74

1а.9. Определение примеси нитратов необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с кислотами и легколетучими солями, содержащими нитраты.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНДИГОКАРМИНА (МЕТОД 1)

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1(2)—2—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 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227;

цилиндр 1(3)—50, 1—1000 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

индигокармин (индигосульфонат натрия) с установленным содержанием основного вещества, которое определяют следующим образом: около 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 концентрации точно 0,1 моль/дм³ соответствует 0,01165 г индигокармина).

Раствор индигокармина готовят следующим образом:

0,20 г индигокармина (при массовой доле основного вещества менее 95 % массу навески индигокармина (m) в граммах вычисляют по формуле $m = 0,20 \frac{100}{X}$, где X — фактическая массовая доля 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.

Раствор индигокармина хранят в темном месте: пригодность раствора проверяют через каждые 14 дней (описание проверки пригодности — по п. 1.2);

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); 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, содержащий NO₃; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг NO₃ в 1 дм³. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

1.2. 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.

1.3. Проведение испытания

Навеску анализируемого реактива помещают в коническую колбу вместимостью 50—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 нитратов в миллиграммах, указанную в нормативно-технической

документации на анализируемый реактив, 1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислоты.

1.1—1.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ САЛИЦИЛОВОКИСЛОГО НАТРИЯ (метод 2)

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа;

колба 2—50—2 по ГОСТ 1770;

колба Кн-2—250—34 ТХС или стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетки 4(5)—2—1, 6(7)—2—5(10), 6(7)—2—25 или 2(3)—2—25 по ГОСТ 29227;

цилиндр 1(3)—50 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, ч.д.а. или фармакопейный, раствор с массовой долей 10 %;

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

раствор, содержащий NO₃, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением его готовят раствор, содержащий 0,1 мг NO₃ в 1 см³.

2.2. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в сухие мерные колбы помещают растворы, содержащие 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 20 см³ раствора гидроокиси натрия охлаждают, доводят объем растворов водой до метки и перемешивают.

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

По полученным данным строят градуировочный график.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение испытания

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, 20 см³ раствора гидроокиси натрия охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют 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 суток.

2.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение (*d*), указанное в таблице.

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

С. 4 ГОСТ 10671.2—74

| Найденная масса нитратов, 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 |

2.3, 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.5. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.6. Если анализируемый реактив имеет щелочную реакцию или разлагается серной кислотой, то количество последней для проведения реакции нитрования увеличивают и соответственно увеличивают количество раствора гидроокиси натрия, что должно быть указано в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

2.7. 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 препарата) 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 аликвотной части раствора содержалось 0,01—0,05 мг NO₃.

2.8. 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.

2.9. В случае невозможности проведения окончания определения в среде раствора гидроокиси натрия допускается заканчивать определение в аммиачной среде, о чем должно быть указано в нормативно-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 результате 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.

2.10. При определении нитратов в солях амфотерных металлов объема раствора гидроокиси натрия увеличивают: прибавляют раствор гидроокиси натрия до растворения выпадающего вначале осадка.

2.7—2.10. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ. (Исключено, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 05.08.74 № 1885
3. ВЗАМЕН ГОСТ 10671—63 в части разд. IV
4. В стандарт введен СТ СЭВ 1434—78
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|---|-------------------------|
| ГОСТ 1770—74 | 1.1, 2.1 | ГОСТ 6691—77 | 2.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 1.1 | ГОСТ 6709—72 | 1.1, 2.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.1 | ГОСТ 10671.0—74 | 1a.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 1.1, 2.1 | ГОСТ 20490—75 | 1.1 |
| ГОСТ 4212—76 | 1.1, 2.1 | ГОСТ 25336—82 | 1.1, 2.1 |
| ГОСТ 4233—77 | 1.1 | ГОСТ 25794.2—83 | 1.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 2.1 | ГОСТ 27025—86 | 1a.1 |
| ГОСТ 4517—87 | 1.1, 2.1 | ГОСТ 29227—91 | 1.1, 2.1 |
| | | ГОСТ 29251—91 | 1.1 |

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)
7. ИЗДАНИЕ (февраль 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1989 г. (ИУС 1—80, 11—89)

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Н.И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 14.03.2007. Формат 60 x 84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55. Тираж 159 экз. Зак. 206. С 3786.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано в Калужской типографии стандартов.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.