МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ОРГАНИЧЕСКИЕ

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ АНАЛИЗОВ МЕТОДАМИ ДИАЗОТИРОВАНИЯ И СОЧЕТАНИЯ

Издание официальное

БЗ 2—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   А.Л. Познякевич, Б.Н. Колоколов, канд. хим. наук; **Ю.В. Лянде, И.А. Балакирев,** канд. хим. наук; **Н.Н. Красикова, Т.И. Букатина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.12.83 № 5791**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 16923—71**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.1; 2.1
ГОСТ 3118—77	1.1; 2.1
ГОСТ 3760—79	1.1
ГОСТ 4160—74	2.1
ГОСТ 4197—74	1.1; 2.1
ГОСТ 4517—87	1.1; 2.1
ГОСТ 5819—78	2.1
ГОСТ 5821—78	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1; 2.1
ГОСТ 24104—88	1.1; 2.1
ГОСТ 25336—82	1.1; 2.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 02.09.99. Подписано в печать 07.10.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 165 экз. С3783. Зак. 842.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

УДК 661.7:543.24:006.354 Группа Л09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Приготовление титрованных растворов для анализов методами диазотирования и сочетания

ГОСТ 16923—83

Organic products. Preparation of standard solutions for analyses by diazotization and combination methods

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.85

Настоящий стандарт распространяется на органические продукты и устанавливает способы приготовления титрованных растворов азотистокислого натрия и диазосоединений для анализов методами диазотирования и сочетания.

1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ АЗОТИСТОКИСЛОГО НАТРИЯ

1.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Кислота сульфаниловая безводная по ГОСТ 5821, ч.д.а., дважды перекристаллизованная из воды и высушенная при 120 °С.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага йодкрахмальная, готовят по ГОСТ 4517.

Бумага «конго».

Колба мерная по ГОСТ 1770, исполнения 1 или 2, вместимостью 1 дм^3.

Стаканы типа В по ГОСТ 25336, исполнения 1 или 2, вместимостью 250 см^3, 600 см^3 и 1 дм^3.

Цилиндры по ГОСТ 1770, исполнения 1, 2 или 3, вместимостью 25 см^3, 500 см^3 или 1 дм^3.

Пипетка вместимостью 10 см^3.

Бюретка исполнения 1, 2 или 3, 2-го класса точности, вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3.

Термометр ТЛ-2 1-А (Б)2.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Приготовление растворов азотистокислого натрия

1.2.1. *Приготовление раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм^3*

69,00—70,00 г азотистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в дистиллированной воде и перемешивают. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

1.2.2. *Приготовление раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм^3*

34,50—35,00 г азотистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в дистиллированной воде и перемешивают. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

1.2.3. *Приготовление раствора азотистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³*

6,90—7,00 г азотистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и перемешивают. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

1.2.1—1.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.3. Определение поправочного коэффициента к титру раствора азотистокислого натрия

Поправочный коэффициент к титру приготовленных растворов азотистокислого натрия определяют по сульфаниловой кислоте.

1.3.1. *Определение поправочного коэффициента к титру раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³*

4,0000—4,5000 г сульфаниловой кислоты помещают в стакан вместимостью 1 дм³ и растворяют в 250 см³ дистиллированной воды, прибавляя необходимое для растворения количество раствора водного аммиака (2,0±0,5) см³. Затем разбавляют дистиллированной водой до 800 см³, подкисляют соляной кислотой до кислой реакции по бумаге «конго» и прибавляют еще 10 см³ соляной кислоты. Полученный раствор титруют из бюретки раствором азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³ при температуре 15—20 °С. В конце титрования раствор азотистокислого натрия прибавляют медленно по каплям.

Конечную точку титрования устанавливают по появлению слабо-синего пятна в пробе на йодкрахмальной бумаге, сохраняющегося при повторном нанесении пробы через 2 мин. Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов, но без сульфаниловой кислоты, проверяя чувствительность йодкрахмальной бумаги.

Поправочный коэффициент (K_1) раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{m}{(V - V_1) \cdot 0{,}17319},$$

где m — масса навески сульфаниловой кислоты, г;

V — объем раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³, израсходованный на титрование при основном определении, см³;

V_1 — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование при контрольном определении, см³;

0,17319 — масса сульфаниловой кислоты, соответствующая 1 см³ точно раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа ±0,0020 при доверительной вероятности 0,95.

1.3.2. *Определение поправочного коэффициента к титру раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³*

2,0000—2,5000 г сульфаниловой кислоты помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, прибавляя необходимое для растворения количество водного аммиака (1,0±0,5) см³, затем разбавляют дистиллированной водой до 400 см³, подкисляют соляной кислотой до кислой реакции по бумаге конго, прибавляют еще 5 см³ соляной кислоты и при температуре 15—20 °С титруют раствором азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³.

Далее определение проводят, как указано в п. 1.3.1.

Поправочный коэффициент (K_2) раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{m}{(V - V_1) \cdot 0{,}086595},$$

где m — масса навески сульфаниловой кислоты, г;

V — объем раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование при основном определении, см³;

V_1 — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование при контрольном определении, см³;

0,086595 — масса сульфаниловой кислоты, соответствующая 1 см³ точно раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³, г.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа ±0,0020 при доверительной вероятности 0,95.

1.3.3. *Определение поправочного коэффициента к титру раствора азотистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³*

0,4000—0,5000 г сульфаниловой кислоты помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, прибавляя несколько капель раствора водного аммиака, подкисляют 5 см³ соляной кислоты и при 15—20 °С титруют раствором азотистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³.

Далее определение проводят, как указано в п. 1.3.1.

Коэффициент поправки (K_3) раствора азотистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_3 = \frac{m}{(V - V_1) \cdot 0{,}017319},$$

где m — масса навески сульфаниловой кислоты, г;

V — объем раствора азотистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование при основном определении, см³;

V_1 — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование при контрольном определении, см³;

0,017319 — масса сульфаниловой кислоты, соответствующая 1 см³ точно раствора азотистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³, г.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа ±0,0020 при доверительной вероятности 0,95.

1.3.1—1.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.3.4. Для установления коэффициента поправки используют не менее трех навесок сульфаниловой кислоты. Необходимые массы навесок указаны в пп. 1.3.1—1.3.3.

1.3.5. Допускается индикацию при титровании проводить потенциометрически с помощью платинового индикаторного электрода и насыщенного каломельного или хлорсеребряного электрода сравнения на лабораторном потенциометре любого типа.

1.3.4, 1.3.5. **(Введены дополнительно, Из. № 1).**

2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ ДИАЗОСОЕДИНЕНИЙ

Титрованные растворы диазосоединений — диазобензола, диазотолуола, 4-нитродиазобензола и 3-нитродиазобензола готовят из титрованных растворов соответствующих солянокислых аминов: раствора солянокислого анилина концентрации 0,25 моль/дм³, раствора солянокислого 4-аминотолуола концентрации 0,25 моль/дм³, раствора солянокислого 4-нитротолуола, концентрации 0,2 моль/дм³ и раствора солянокислого 3-нитроанилина концентрации 0,2 моль/дм³.

Коэффициент поправки устанавливают для раствора солянокислого амина. Раствор каждого диазосоединения имеет тот же коэффициент поправки, что и исходный раствор солянокислого амина.

2.1. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Анилин по ГОСТ 5819, ч.д.а., перегнанный над цинковой пылью с отбором средней фракции.

4-Аминотолуол технический перегнанный над цинковой пылью с отбором средней фракции.

4-Нитроанилин технический перекристаллизованный из раствора соляной кислоты с массовой долей 12 % в присутствии активированного угля.

3-Нитроанилин технический, перекристаллизованный из раствора соляной кислоты с массовой долей 12 % в присутствии активированного угля.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х.ч., растворы концентрации 1,0 моль/дм³ или 0,5 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага йодкрахмальная, готовят по ГОСТ 4517.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, исполнения 1 или 2, вместимостью 200 см³, 250 см³ и 1 дм³.

Стаканы по ГОСТ 25336 типа В, исполнения 1 или 2, вместимостью 100, 250 и 400 см³.

Цилиндры по ГОСТ 1770, исполнения 1, 2 или 3, вместимостью 50, 250, 500 и 600 см³.

Пипетка вместимостью 100 см³.

Бюретка исполнения 1, 2 или 3, 2-го класса точности, вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,10 см³.

Термометр ТЛ-2 1-А(Б) 2.

Часы песочные типа ЧПН-10.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Приготовление раствора диазобензола

2.2.1. *Приготовление раствора солянокислого анилина концентрации 0,25 моль/дм³*

23,30 г анилина помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и растворяют в 125 см³ соляной кислоты. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Для установки точной концентрации раствора солянокислого анилина 100 см³ приготовленного раствора переносят пипеткой в стакан, прибавляют 50 см³ дистиллированной воды, 10 см³ соляной кислоты, 2 г бромистого калия и титруют раствором азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³ или 0,5 моль/дм³ при температуре 15—20 °С с выдержкой 10 мин.

Конечную точку титрования определяют по появлению слабо-синего пятна в пробе на йодкрахмальной бумаге, сохраняющегося при повторном нанесении пробы через 10 мин.

Коэффициент поправки (K_4) раствора солянокислого анилина концентрации 0,25 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_4 = \frac{K \cdot N \cdot V}{0{,}25 \cdot V_1},$$

где K — коэффициент поправки раствора азотистокислого натрия;

N — молярная концентрация раствора азотистокислого натрия;

V — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование солянокислого анилина, см³;

V_1 — объем раствора солянокислого анилина, см³.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа ±0,0050 при доверительной вероятности 0,95.

2.2.2. *Приготовление раствора диазобензола концентрации 0,1 моль/дм³*

100 см³ раствора солянокислого 4-нитроанилина концентрации 0,25 моль/дм³ переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 250 см³ и помещают колбу на 15—20 мин в баню со льдом. К охлажденному раствору прибавляют при перемешивании из бюретки 25,2 см³ раствора азотистокислого натрия концентрации точно 1,0 моль/дм³, раствор хорошо взбалтывают и вновь оставляют в бане со льдом на 30 мин, защитив колбу от света. Затем объем раствора в колбе доводят ледяной дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор должен давать умеренно темное пятно в пробе на йодкрахмальной бумаге. Раствор можно хранить в течение 4 ч в бане со льдом в темном месте.

2.2.1, 2.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Приготовление раствора диазотолуола

2.3.1. *Приготовление раствора солянокислого 4-аминотолуола концентрации 0,25 моль/дм³*

26,80 г 4-аминотолуола помещают в стакан и растворяют при нагревании в 100 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу на 1 дм³. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Для установки точной концентрации 100 см³ раствора солянокислого 4-аминотолуола переносят пипеткой в стакан, прибавляют 50 см³ дистиллированной воды, 10 см³ соляной кислоты и 2 г бромистого калия и титруют раствором азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³ или 0,5 моль/дм³ при температуре 15—20 °С с выдержкой 10 мин.

Конечную точку титрования определяют по появлению слабо-синего пятна в пробе на йодкрахмальной бумаге, сохраняющегося при повторном нанесении пробы через 10 мин.

Коэффициент поправки (K_5) раствора солянокислого 4-аминотолуола концентрации 0,25 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_5 = \frac{K \cdot N \cdot V}{0{,}25 \cdot V_1},$$

где K — коэффициент поправки раствора азотистокислого натрия;

N — молярная концентрация раствора азотистокислого натрия;

V — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование солянокислого 4-аминотолуола, см³;

V_1 — объем раствора солянокислого 4-аминотолуола, см³.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа ±0,0050 при доверительной вероятности 0,95.

2.3.2. *Приготовление раствора диазотолуола концентрации 0,1 моль/дм³*

100 см³ раствора солянокислого 4-аминотолуола концентрации 0,25 моль/дм³ переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 250 см³. При температуре 20—22 °С прибавляют при перемешивании из бюретки 25,2 см³ раствора азотистокислого натрия концентрации точно 1,0 моль/дм³, раствор хорошо взбалтывают и после этого ставят на 40 мин в темное место в баню со льдом. Затем объем раствора в колбе доводят ледяной дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор должен давать умеренно темное пятно в пробе на йодкрахмальной бумаге. Раствор можно хранить в течение 8 ч в темном месте в бане со льдом.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Приготовление раствора 4-нитродиазобензола

2.4.1. *Приготовление раствора солянокислого 4-нитроанилина концентрации 0,2 моль/дм³*

27,70 г 4-нитроанилина помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют при нагревании в 400 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Для установки точной концентрации 100 см³ полученного раствора солянокислого 4-нитроанилина переносят пипеткой в стакан и титруют раствором азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³ или 0,5 моль/дм³ при температуре 8—10 °С.

Конечную точку титрования определяют по появлению слабо-синего пятна в пробе на йодкрахмальной бумаге, сохраняющегося при повторном нанесении пробы через 1 мин.

Коэффициент поправки (K_6) раствора солянокислого 4-нитроанилина концентрации 0,2 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_6 = \frac{K \cdot N \cdot V}{0{,}2 \cdot V_1},$$

где K — коэффициент поправки раствора азотистокислого натрия;

N — молярная концентрация раствора азотистокислого натрия;

V — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование солянокислого 4-нитроанилина, см³;

V_1 — объем раствора солянокислого 4-нитроанилина, см³.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа ±0,0020 при доверительной вероятности 0,95.

2.4.2. *Приготовление раствора 4-нитродиазобензола концентрации 0,1 моль/дм³*

100 см³ раствора солянокислого 4-нитроанилина концентрации 0,2 моль/дм³ переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 200 см³. Колбу ставят в баню со льдом на 15—20 мин. Затем при интенсивном перемешивании быстро прибавляют из бюретки 20,2 см³ раствора азотистокислого натрия концентрации точно 1,0 моль/дм³, хорошо взбалтывают и вновь ставят колбу в баню со льдом на 15 мин. После этого объем раствора в колбе доводят ледяной дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор должен давать умеренно темное пятно в пробе на йодкрахмальной бумаге. Раствор можно хранить в течение 8 ч в бане со льдом в темном месте.

2.4.1, 2.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.5. Приготовление раствора 3-нитродиазобензола

2.5.1. *Приготовление раствора солянокислого 3-нитроанилина концентрации 0,2 моль/дм³*

27,70 г 3-нитроанилина помещают в стакан и растворяют при нагревании в 250 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Для установки точной концентрации 100 см³ раствора солянокислого 3-нитроанилина переносят пипеткой в стакан и титруют раствором азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³ или 0,5 моль/дм³ при температуре 8—10 °С.

Конечную точку титрования определяют по появлению слабосинего пятна в пробе на йодкрахмальной бумаге, сохраняющегося при повторном нанесении пробы через 1 мин.

Коэффициент поправки (K_7) раствора солянокислого 4-нитроанилина концентрации 0,2 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_7 = \frac{K \cdot N \cdot V}{0{,}2 \cdot V_1},$$

где K — коэффициент поправки раствора азотистокислого натрия;

N — молярная концентрация раствора азотистокислого натрия;

V — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование солянокислого 3-нитроанилина, см³;

V_1 — объем раствора солянокислого 3-нитроанилина, см³.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа ±0,0020 при доверительной вероятности 0,95.

2.5.2. *Приготовление раствора 3-нитродиазобензола концентрации 0,1 моль/дм³*

100 см³ раствора солянокислого 3-нитроанилина концентрации 0,2 моль/дм³ переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 200 см³.

Колбу ставят в баню со льдом на 15—20 мин. Затем при интенсивном перемешивании быстро прибавляют из бюретки 20,2 см³ раствора азотистокислого натрия концентрации точно 1,0 моль/дм³, хорошо взбалтывают и вновь ставят колбу в баню со льдом на 15 мин. После этого объем раствора в колбе доводят ледяной водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор должен давать умеренно темное пятно в пробе на йодкрахмальной бумаге. Раствор можно хранить в течение 8 ч в бане со льдом в темном месте.

2.5.1, 2.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru