Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси общего азота

ГОСТ 10671.4—74

Reagents. Methods for determination of nitrogen compaunds impurity general

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на неорганические и органические реактивы и устанавливает методы определения примеси отщего азота из нитратов, нитритов и др.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1431—78.

Методы основаны на восстановлении нитратов, нитритов и др. соединений азота сплавом Деварда в щелочной среде до аммиака, отделении его дистилляцией и последующем определении с реактивом Несслера или Несслера — Винклера, окрашенного в желтый цвет соединения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

При взвешивании применяют лабораторные весы 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг с ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г с 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 общего азота 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 общего азота в навеске анализируемого реактива должна быть:

0,01—0,05 мг — при определении фотометрическими методами;

0,02—0,08 мг — при определении визуально-колориметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.4. При взвешивании навески анализируемого реактива и навесок реактивов для приготовления растворов, используемых при анализе, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.5. При наличии опалесценции в анализируемом растворе определение заканчивают фотометрически с введением поправки на значение оптической плотности раствора анализируемого реактива.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а.6. Если при растворении или разложении навески анализируемого реактива применяют реактивы, в состав которых входит примесь нитратов, нитритов и др., то вводят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

gost.e-ecolog.ru

1а.7. 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).

1а.8. Фотометрические определения проводят на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при соответствующих длинах волн.

1а.9. При визуально-колориметрическом определении готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси общего азота соответствует норме, во втором составляет 0,5 нормы, в третьем — 2 нормы. Если масса общего азота в растворах сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, указанные в п. 1а.3, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

1а.10. Определение примеси общего азота необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с азотной кислотой, аммиаком, аммонийными солями и органическими растворителями.

1а.8—1а.10. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

1. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, анализируемые контрольные растворы и растворы сравнения готовят на одновременно отобранной пробе воды;

кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3 и раствор с массовой долей 0,5 %;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 0,4 %;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %, не содержащий NH_4; готовят по ГОСТ 4517;

натрий углекислый по ГОСТ 83;

раствор, содержащий 1 мг N в 1 $см^3$; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг N в 1 $см^3$.

Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным;

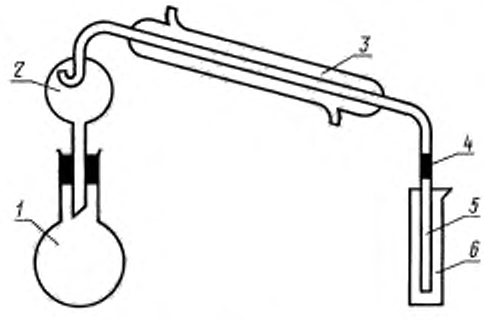
реактив Несслера или реактив Несслера-Винклера; готовят по ГОСТ 4517;

спирт поливиниловый по ГОСТ 10779, раствор с массовой долей 1 %;

сплав Деварда;

фенолфталеин спиртовой, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1;

прибор для отделения аммиака дистилляцией (см. черт. 1), состоящий из следующих частей: колбы круглодонной, вместимостью 250 $см^3$ *1*; холодильника стеклянного лабораторного *3* с впаянной трубкой и длиной кожуха 250—400 мм, конец холодильника отгибают под углом 120°; брызгоуловителя *2* диаметром 50—60 мм, его припаивают к верхнему концу холодильника, на конец брызгоуловителя надевают резиновую пробку, соответствующую диаметру горла круглодонной колбы, цилиндра *6* для приема дистиллята, вместимостью 50—100 $см^3$; стеклянной отводной трубки *5* для наращивания нижнего конца холодильника; резиновой трубки *4*.



Черт. 1

Допускается применение приборов для отделения аммиака дистилляцией других конструкций, обеспечивающих полное отделение аммиака, с соединением отдельных частей на шлифах.

Для определения примеси общего азота по разд. 5 применяют прибор с делительной воронкой. При необходимости может быть применена круглодонная колба с двумя горловинами вместимостью 500 см^3;

воронка ВД-1—10(25) ХС по ГОСТ 25336;

клапан Бунзена;

колбы К-2—250—34 ТХС и К-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336 или колба КГУ-2—2—500—29/32 по ГОСТ 25336;

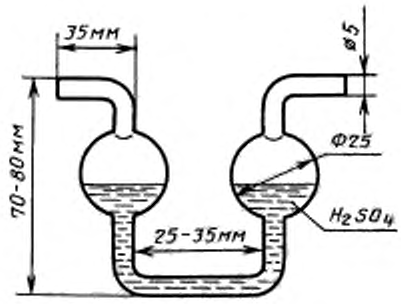
колбы Кн-1—100—14/23 (19/26, 24/29) ТХС по ГОСТ 25336 или пробирки с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3;

колбы 2—50—2 или 2—100—2 по ГОСТ 1770;

насадка (черт. 2) или воронка ВПр — 2ХС по ГОСТ 25336;

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

цилиндры 2(4)—50 и 2(4)—100 по ГОСТ 1770.



Черт. 2

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

Все резиновые детали (трубки, пробки) перед сборкой прибора кипятят в воде с добавлением небольшого количества углекислого натрия, промывают сначала водопроводной, а затем — дистиллированной водой. При сборке прибора контакт резиновых трубок с отгоняемой жидкостью должен быть минимальным.

Перед началом работы прибор для отделения аммиака дистилляцией очищается паром, полученным кипячением в круглодонной колбе достаточного количества дистиллированной воды до тех пор, пока дистиллят не будет свободен от аммиака (качественную проверку проводят реактивом Несслера, сравнивая окраску анализируемого дистиллята с окраской контрольного раствора, содержащего в равном объеме дистиллированной воды равное количество реактива Несслера). Затем в цилиндр наливают жидкость для поглощения дистиллята, состоящую из 5 см^3 воды и 5 см^3 раствора соляной кислоты. Стеклянную отводную трубку конца холодильника опускают в жидкость.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Нейтральный анализируемый раствор помещают в круглодонную колбу, доводят объем раствора водой до 150 см^3, прибавляют 1 г сплава Деварда, 5 см^3 раствора гидроокиси натрия (если анализируемый реактив вступает в реакцию с гидроокисью натрия или сплавом Деварда, количества последних соответственно увеличивают), быстро присоединяют колбу к прибору для отделения аммиака дистилляцией, перемешивают содержимое колбы и выдерживают в течение 1 ч, периодически перемешивая содержимое колбы.

Допускается проводить реакцию восстановления в колбе, не присоединенной к прибору для дистилляции. В этом случае колбу закрывают пробкой с насадкой, наполненной раствором серной кислоты 1:3 или клапаном Бунзена; колбу в случае разогревания охлаждают в бане с холодной водой.

Через 1 ч отгоняют 75 см³ раствора в цилиндр вместимостью 100 см³, содержащий 15 см³ воды и 5 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 % или раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, доводят объем раствора водой до 100 см³ (конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора).

50 см³ полученного раствора переносят в коническую колбу или пробирку.

Одновременно с анализируемым раствором готовят растворы сравнения таким же образом и в таких же условиях и содержащие в таком же объеме массу N в миллиграммах, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив и в п. 1а.9 настоящего стандарта, 1 г сплава Деварда и 5 см³ раствора гидроокиси натрия.

К анализируемому раствору и растворам сравнения прибавляют одновременно при тщательном перемешивании по 1 см³ раствора гидроокиси натрия и по 1 см³ раствора Несслера или Несслера-Винклера.

Наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу N в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативно-технической документации норме на анализируемый реактив.

При необходимости сохранения окраски более 20 мин в анализируемый раствор и растворы сравнения прибавляют по 1 см³ раствора поливинилового спирта.

Для ускорения анализа допускается проводить реакцию восстановления в объеме 50 см³ с последующей отгонкой 25 см³ дистиллята. Реактив Несслера (Несслера—Винклера) прибавляют ко всему дистилляту.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД В ОБЪЕМЕ 50 см³

4.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в круглодонные колбы помещают растворы, содержащие 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг N, доводят объемы растворов водой до 45 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий N.

В каждый раствор прибавляют 1 г сплава Деварда, 5 см³ раствора гидроокиси натрия, быстро присоединяют колбы к приборам для отделения аммиака дистилляцией, перемешивают содержимое колб и выдерживают в течение 1 ч, периодически перемешивая.

Допускается проводить реакцию восстановления в колбе, не присоединенной к прибору для отделения аммиака дистилляцией. В этом случае колбу закрывают пробкой, снабженной насадкой, наполненной раствором серной кислоты 1 : 3, или клапаном Бунзена; колбу в случае разогревания охлаждают в бане с холодной водой.

Через 1 ч отгоняют из каждой колбы 25 см³ раствора в цилиндр, содержащий 5 см³ воды и 5 см³ раствора соляной кислоты (конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора). Растворы переносят в мерный колбы вместимостью 50 см³ каждая, прибавляют по 10 см³ воды и перемешивают.

Одновременно не более чем в четыре мерные колбы прибавляют при тщательном перемешивании по 1 см³ раствора гидроокиси натрия и по 1 см³ реактива Несслера (или Несслера-Винклера), объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и через 20 мин измеряют значение оптической плотности растворов сравнения и контрольного раствора по отношению к воде при длине волны 400—450 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Из оптической плотности раствора сравнения вычитают оптическую плотность контрольного раствора (при значении оптической плотности контрольного раствора 0,4 и выше измерение следует проводить в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм).

По полученным данным строят градуировочный график.

4.2. Проведение испытания

Нейтральный анализируемый раствор помещают в круглодонную колбу, доводят объем раствора водой до 45 см³, прибавляют 1 г сплава Деварда, 5 см³ раствора гидроокиси натрия (если

анализируемый реактив вступает в реакцию с гидроокисью натрия или сплавом Деварда, количество последних соответственно увеличивают), быстро присоединяют колбу к прибору для отделения аммиака дистилляцией, перемешивают содержимое колбы и выдерживают в течение 1 ч, периодически перемешивая.

Допускается проводить реакцию восстановления в колбе, не присоединенной к прибору для отделения аммиака дистилляцией. В этом случае колбу закрывают пробкой, снабженной насадкой, наполненной раствором серной кислоты 1 : 3, или клапаном Бунзена; колбу в случае разогревания охлаждают в бане с холодной водой.

Одновременно проводят контрольный опыт в таких же условиях с такими же количествами реактивов.

Через 1 ч отгоняют из обеих колб по 25 см^3 раствора в цилиндры, содержащие по 5 см^3 воды и 5 см^3 раствора соляной кислоты (конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора). Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3 каждая, прибавляют по 10 см^3 воды, перемешивают, прибавляют при перемешивании по 1 см^3 раствора гидроокиси натрия и по 1 см^3 реактива Несслера, объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и через 20 мин измеряют значения оптической плотности анализируемого и контрольного растворов по отношению к воде в условиях построения градуировочного графика. Из оптической плотности анализируемого раствора вычитают оптическую плотность контрольного раствора. По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу общего азота в миллиграммах в анализируемом реактиве.

4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми (d) не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 1.

Допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) результата анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведена в табл. 1.

Таблица 1

Найденная масса общего азота, мг	Δ, %	d, мг
От 0,01 до 0,02 включ.	±30	0,006
Св. 0,02 » 0,04 »	±15	0,006
» 0,04 » 0,05 »	±10	0,006

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.4. **(Исключен, Изм. № 1).**

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД В ОБЪЕМЕ 150 см^3

5.1. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в круглодонные колбы помещают растворы, содержащие 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг N, доводят объем раствора водой до 150 см^3.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий N.

В каждый раствор добавляют 1 г сплава Деварда и присоединяют круглодонную колбу к прибору для отгонки аммиака дистилляцией. Через делительную воронку прибавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия и выдерживают в течение 1 ч.

Через 1 ч отгоняют из каждой круглодонной колбы 75 см^3 раствора в цилиндр, содержащий 5 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 % или раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 % и 15 см^3 воды (конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора). Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3. К полученным растворам добавляют по 2 см^3 раствора гидроокиси натрия и 2 см^3 реактива Несслера (или Несслера-Винклера). Доводят объемы водой до метки. Допускается добавление 1 см^3 поливинилового спирта.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения на спектрофотометре при длине волны 420 нм или фотоэлектроколориметре при длине волны 400—450 нм по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

5.2. Проведение анализа

Навеску анализируемого реактива помещают в круглодонную колбу, растворяют в 150 см³ воды, прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до бледно-розовой окраски. Затем добавляют 1 г сплава Деварда и соединяют круглодонную колбу с прибором для отделения аммиака дистилляцией. Через делительную воронку прибавляют 5 см³ раствора гидроокиси натрия и выдерживают в течение 1 ч. Через 1 ч отгоняют из круглодонной колбы 75 см³ раствора в цилиндр, содержащий 5 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 % или раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 % и 15 см³ воды (конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ раствора гидроокиси натрия и 2 см³ реактива Несслера (или Несслера-Винклера) и доводят объем раствора водой до метки. Допускается добавление 1 см³ поливинилового спирта.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору таким же способом, как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности анализируемого раствора, пользуясь градуировочным графиком, находят массу азота в миллиграммах в анализируемом реактиве.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми (d) не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 2.

Допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) результата анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведена в табл. 2.

Таблица 2

Найденная масса азота, мг	Δ, %	d, мг
От 0,01 до 0,03 включ.	±20	0,004
Св. 0,03 » 0,04 »	±10	0,005
» 0,04 » 0,05 »	±10	0,008

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ О СООТВЕТСТВИИ ГОСТ 10671.4—74 И СТ СЭВ 1431—78

Вводная часть ГОСТ 10671.4—74 соответствует вводной части СТ СЭВ 1431—78;
разд. 1а соответствует п. 1.5 и разд. 2;
разд. 2 соответствует второму абзацу разд. 2;
разд. 3 соответствует примечанию 1 разд. 4;
разд. 4 соответствует примечанию 2 разд. 4;
п. 5.1 соответствует разд. 3;
п. 5.2 соответствует разд. 4 (без примечаний);
разд. 6 соответствует разд. 5.
ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Введено дополнительно, Изм. № 1).**

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. VI

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1431—78

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	Разд. 1	ГОСТ 4517—87	Разд. 1
ГОСТ 1770—74	Разд. 1	ГОСТ 4919.1—77	Разд. 1
ГОСТ 3118—77	Разд. 1	ГОСТ 6709—72	Разд. 1
ГОСТ 4204—77	Разд. 1	ГОСТ 10671.0—74	1а.1
ГОСТ 4212—76	Разд. 1	ГОСТ 25336—82	Разд. 1
ГОСТ 4328—77	Разд. 1	ГОСТ 27025—86	1а.1
		ГОСТ 29227—91	Разд. 1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1989 г. (ИУС 1—80, 10—89)

gost.e-ecolog.ru