Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси нитритов

Reagents. Methods for determination of nitrites

ГОСТ 10671.3—74

Взамен ГОСТ 10671—63, в части разд. V

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 5 августа 1974 г. № 1885 дата введения установлена

01.07.75

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 15.09.92 № 1183

Настоящий стандарт распространяется на неорганические и органические реактивы и устанавливает методы определения примеси нитритов, при массе их в навеске анализируемого реактива в пределах 0,0005—0,020 мг.

Методы основаны на образовании красно-фиолетового азосоединения при взаимодействии 1-нафтиламина и сульфаниловой кислоты с нитрит-ионами.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1а. Общие указания

1а.1. Общие указания и требования к методам анализа — по ГОСТ 27025—86 и ГОСТ 10671.0—74.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛЭ-200 г или ВЛКТ-500г-М.

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.

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

1а.3. Если при растворении или разложении навески анализируемого реактива применяют реактивы, в состав которых входит примесь нитритов, то вводят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

1а.4. Определение примеси нитритов необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с азотной кислотой, аммиаком, аммонийными солями и органическими растворителями.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Цилиндр 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка вместимостью 1(2) $см^3$.

Раствор, содержащий NO_2^-; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят растворы массовых концентраций 0,01 и 0,001 $мг/см^3$ NO_2^-; растворы годны в течение недели.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., сентябре 1992 г. (ИУС 3—85, 12—92).

gost.e-ecolog.ru

Реактив Грисса; готовят по ГОСТ 4517—87.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Проведение анализа

40 см³ нейтрального анализируемого раствора помещают в цилиндр и прибавляют пипеткой 1 см³ реактива Грисса.

Наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме: массу NO_2 в миллиграммах, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и 1 см³ раствора реактива Грисса.

При определении готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси нитритов соответствует норме, во втором — составляет 0,5 нормы, в третьем — 2 нормы. Если масса нитритов в растворах сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, установленные во вводной части стандарта, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Ки-2—100—18 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка вместимостью 1(2) см³.

Пипетка вместимостью 5(10) см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821—78, раствор готовят следующим образом: 0,6 г сульфаниловой кислоты растворяют в 70 см³ горячей воды. К охлажденному раствору прибавляют 20 см³ соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 100 см³ и перемешивают.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор с массовой долей 25 %.

1-Нафтиламин по ТУ 6—09—07—1703—90; раствор готовят следующим образом: 0,6 г 1-нафтиламина растворяют в воде, содержащей 1,4 см³ соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 100 см³ и перемешивают. Раствор должен быть бесцветным; допускается слабая опалесценция, которая при разбавлении водой 1:40 должна исчезать. Раствор устойчив при комнатной температуре в течение 7 сут при хранении в защищенном от света месте.

Если раствор потемнеет в ходе приготовления, то он непригоден для использования.

Раствор массовой концентрации NO_2 1 мг/см³; готовят следующим образом: 1,500 г азотистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в воде, прибавляют 1 см³ хлороформа, 0,2 г гидроокиси натрия, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Растворы массовых концентраций 0,01 и 0,001 мг/см³ NO_2; готовят соответствующим разбавлением и применяют в течение недели.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, высший сорт.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая помещают растворы массовых концентраций 0,0005; 0,002; 0,005; 0,010; 0,015 и 0,020 мг NO_2, доводят объемы растворов водой до 40 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий NO_2.

В каждый раствор прибавляют 1 см³ раствора сульфаниловой кислоты, перемешивают, через 5 мин прибавляют 1 см³ раствора 1-нафтиламина, 1 см³ раствора уксуснокислого натрия и снова перемешивают. Объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и через 10 мин значение

оптической плотности растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору при длине волны 500—540 нм (λ_{max} = 520 нм). При определении нитритов в пределах 0,0005—0,0020 мг пользуются кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, при определении нитритов в пределах 0,002—0,020 мг — 20 мм.

По полученным данным строят градуировочные графики, откладывая значения оптической плотности на оси ординат и массу нитритов в миллиграммах на оси абсцисс.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

40 см^3 бесцветного нейтрального анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 см^3), прибавляют пипеткой 1 см^3 раствора сульфаниловой кислоты, перемешивают и через 5 мин прибавляют пипеткой 1 см^3 раствора 1-нафтиламина, 1 см^3 раствора уксуснокислого натрия и перемешивают (pH раствора в пределах 2,0—2,5, проба на вынос по универсальной индикаторной бумаге). Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и через 10 мин фотометрируют.

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

Окраска устойчива в течение трех часов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа (Δ) при доверительной вероятности P = 0,95 приведена в таблице.

Найденная масса нитритов, кг	d, %	Δ, %
От 0,0005 до 0,001	15	±25
Св. 0,001 » 0,002	15	±15
» 0,002 » 0,020	10	±10

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5. **(Исключен, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru