МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10671.4— 2016

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси общего азота

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «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)

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 9 ноября 2016 г. № 641-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.4—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.4—74

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси общего азота

Reagents. Methods for determination of total nitrogen impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси общего азота из нитратов, нитритов и других соединений азота:

- визуально-колориметрический;
- фотометрический.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10671.0 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов

ГОСТ 10779 Спирт поливиниловый. Технические условия

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ю указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затра-

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

гивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность методов

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

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 10671.0.

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

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.

4.2 Масса общего азота в навеске анализируемого реактива должна быть:

- 0,02—0,08 мг при определении визуально-колориметрическим методом.
- 0,01—0,05 мг при определении фотометрическим методом;

4.3 При визуально-колориметрическом определении готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси общего азота соответствует норме, во втором составляет половину нормы, в третьем — две нормы. Если масса общего азота в растворах сравнения (половина нормы или две нормы) не укладывается в пределы, указанные в 4.2, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

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

5 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 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 аммония; готовят по ГОСТ 4517.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Раствор массовой концентрации азота N 1 мг/см^3; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см^3 N. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

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

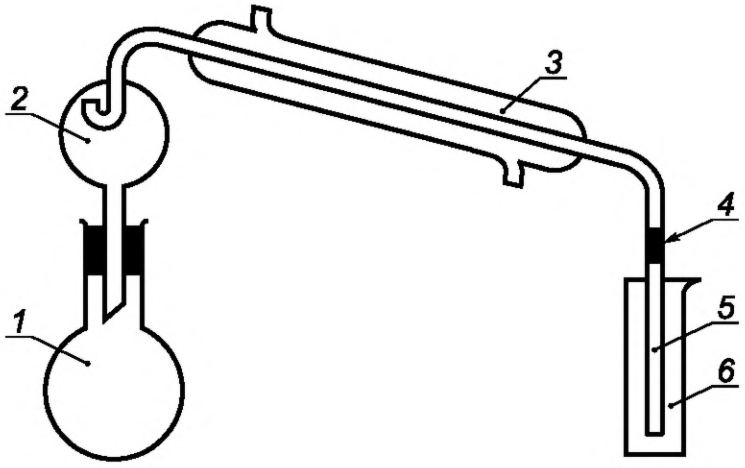
Спирт поливиниловый по ГОСТ 10779, раствор с массовой долей 1 %.

Сплав Деварда.

Фенолфталеин (индикатор) спиртовой, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

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

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



1 — круглодонная колба; *2* — каплеуловитель; *3* — стеклянный лабораторный холодильник; *4* — резиновая трубка; *5* — стеклянная отводная трубка; *6* — цилиндр для приема дистиллята

Рисунок 1 — Прибор для отделения аммиака дистилляцией

Для определения примеси общего азота по разделу 7 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(500)—34 ТХС 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 (рисунок 2) или воронка ВПр — 2 ХС по ГОСТ 25336.

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

Цилиндры 2(4)—50(100)—2 по ГОСТ 1770.

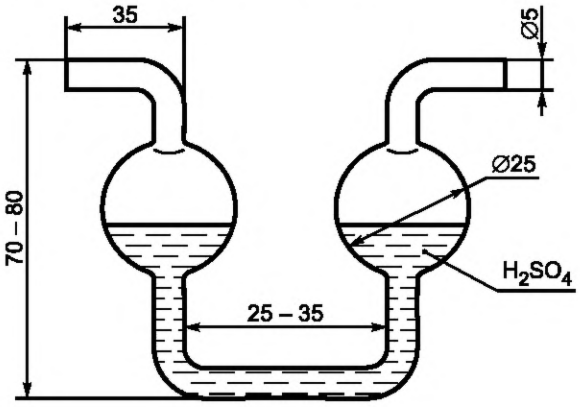


Рисунок 2 — Насадка

6 Подготовка к анализу

6.1 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.

6.2 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.

7 Визуально-колориметрический метод

Нейтральный анализируемый раствор помещают в круглодонную колбу, доводят объем раствора водой до 150 см^3, прибавляют 1,00 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 (рисунок 2), наполненной раствором серной кислоты 1:3, или клапаном Бунзена; колбу в случае разогревания охлаждают в бане с холодной водой.

Через 1 ч отгоняют 75 см^3 раствора в цилиндр вместимостью 100 см^3, содержащий 15 см^3 воды и 5 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 % или раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 %, доводят объем раствора водой до 100 см^3 (конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора).

50 см^3 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 нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив и в 4.3, 1,00 г сплава Деварда и 5 см^3 раствора гидроокиси натрия.

К анализируемому раствору и растворам сравнения прибавляют одновременно при тщательном перемешивании по 1 см^3 раствора гидроокиси натрия и по 1 см^3 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, г, соответствующую установленной в нормативном документе или технической документации норме на анализируемый реактив.

При необходимости сохранения окраски более 20 мин в анализируемый раствор и растворы сравнения прибавляют по 1 см^3 раствора поливинилового спирта.

Для ускорения анализа допускается проводить реакцию восстановления в объеме 50 см^3 с последующей отгонкой 25 см^3 дистиллята. Реактив Несслера (Несслера-Винклера) прибавляют ко всему дистилляту.

8 Фотометрический метод

8.1 Фотометрический метод в объеме 50 см^3

8.1.1 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в круглодонные колбы помещают раствор*, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг N. Доводят объемы растворов водой до 45 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий N.

В каждый раствор прибавляют 1,00 г сплава Деварда, 5 см^3 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 см^3 раствора в цилиндр, содержащий 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 и перемешивают.

Одновременно не более чем в четыре мерные колбы прибавляют при тщательном перемешивании по 1 см^3 раствора гидроокиси натрия и по 1 см^3 реактива Несслера (или Несслера-Винклера), объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения и контрольного раствора по отношению к воде на спектрофотометре при длине волны 420 нм или фотоэлектроколориметре при длине волны 400—450 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 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 раствора 20 мм).

По полученным данным строят градуировочный график.

---

* С массовой концентрацией общего азота 0,01 мг/см^3 объемом 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3.

8.1.2 Проведение анализа

Нейтральный анализируемый раствор помещают в круглодонную колбу, доводят объем раствора водой до 45 см^3, прибавляют 1,00 г сплава Деварда, 5 см^3 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 оптическую плотность 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.

8.1.3 Обработка результатов анализа

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

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

8.2 Фотометрический метод в объеме 150 см^3

8.2.1 Построение градуировочного графика

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

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий N.

В каждый раствор добавляют 1,00 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 раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

---

* С массовой концентрацией общего азота 0,01 мг/см^3 объемом 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3.

8.2.2 Проведение анализа

Навеску анализируемого реактива помещают в круглодонную колбу, растворяют в 150 $см^3$ воды, прибавляют две-три капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до бледно-розовой окраски. Затем добавляют 1,00 г сплава Деварда и соединяют круглодонную колбу с прибором для отделения аммиака дистилляцией. Через делительную воронку прибавляют 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и выдерживают в течение 1 ч. Через 1 ч отгоняют из 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). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и 2 $см^3$ реактива Несслера (или Несслера-Винклера) и доводят объем раствора водой до метки. Допускается добавление 1 $см^3$ 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.

8.2.3 Обработка результатов анализа

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми d не превышает допускаемое расхождение, указанное в таблице 2.

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

УДК 54-41:543.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение общего азота

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 27.03.2019. Подписано в печать 18.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru