МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10671.2— 2016

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси нитратов

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 7 ноября 2016 г. № 1600-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.2—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.2—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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси нитратов

Reagents. Methods for determination of nitrates impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

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).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6691 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10671.0 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. 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 указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

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, затрагивающее 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 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 10671.0.

3.2 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.

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

3.4 Масса нитрат-ионов 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.

4 Метод с применением индигокармина (метод 1)

4.1 Сущность метода

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.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

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

Цилиндры 1(3)—50—2, 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Индигокармин (индигосульфонат натрия) с установленным содержанием основного вещества, которое определяют следующим образом: приблизительно 0,2500 г индигокармина помещают в коническую колбу вместимостью 750 $см^3$, растворяют в 30 $см^3$ воды, прибавляют 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты, перемешивают до полного растворения индигокармина, доводят объем раствора водой до 600 $см^3$ и титруют раствором марганцовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в коричнево-желтую [1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$ соответствует 0,01165 г индигокармина].

Индигокармина (индигосульфонат натрия) раствор, готовят по 4.2.1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$; 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 массовой концентрации нитрат-ионов (NO_3^-) 1 мг/$см^3$ готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации нитрат-ионов 0,01 мг/$см^3$ NO_3^-. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

4.3 Подготовка к проведению анализа

4.3.1 Приготовление раствора индигокармина

0,20 г индигокармина растворяют в 500 $см^3$ раствора серной кислоты в мерной колбе, прибавляют 20 $см^3$ соляной кислоты и доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты.

При массовой доле основного вещества менее 95 % массу навески индигокармина m, г, вычисляют по формуле

$$m = 0{,}20\frac{100}{X}, \quad (1)$$

где X — фактическая массовая доля индигокармина, %.

Раствор индигокармина хранят в темном месте: пригодность раствора проверяют через каждые 14 дней (см. 4.3.2).

4.3.2 Проверка пригодности раствора индигокармина

В две конические колбы вместимостью 50 или 100 см^3 каждая помещают растворы, содержащие 0,030 и 0,035 мг NO_3^-, доводят объемы растворов водой до 10 см^3, прибавляют при перемешивании 1 см^3 раствора хлористого натрия, 1 см^3 раствора индигокармина, 12 см^3 концентрированной серной кислоты и оставляют в покое на 5 мин.

Голубая окраска раствора, содержащего 0,030 мг NO_3^-, должна быть темнее раствора, содержащего 0,035 мг NO_3^-.

4.3 Проведение анализа

Навеску анализируемого реактива помещают в коническую колбу вместимостью 50 или 100 см^3 и растворяют в 10 см^3 воды. К раствору прибавляют при перемешивании 1 см^3 раствора хлористого натрия, 1 см^3 раствора индигокармина и 12 см^3 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 нитрат-ионов в миллиграммах, указанную в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив, 1 см^3 раствора хлористого натрия, 1 см^3 раствора индигокармина и 12 см^3 концентрированной серной кислоты.

5 Метод с применением салициловокислого натрия (метод 2)

5.1 Сущность метода

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 NO_2 применяют карбамид.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТХС или стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1(3)—50—2 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, фармакопейный, раствор с массовой долей 10 %.

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

Раствор массовой концентрации нитрат-ионов (NO_3^-) 1 мг/см^3, готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации NO_3^- 0,1 мг/см^3.

5.3 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в сухие мерные колбы помещают раствор[1)], что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг NO_3^-. Доводят объемы растворов водой до 0,75 см^3 и перемешивают.

[1)] С массовой концентрацией нитрат-ионов 0,1 мг/см^3 объемом 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 см^3.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий NO_3^-.

В каждый раствор прибавляют 0,5 см^3 раствора карбамида, 0,25 см^3 раствора салициловокислого натрия и осторожно, при перемешивании, 3 см^3 серной кислоты. Растворы выдерживают в течение 5 мин, не охлаждая, затем осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 см^3 воды и охлаждают 20 см^3 раствора гидроокиси натрия, доводят объем растворов водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов сравнения 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 раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

5.4 Проведение анализа

Навеску анализируемого реактива (не более 1,00 г) помещают в сухую мерную колбу, смачивают 0,75 см^3 воды, прибавляют 0,5 см^3 раствора карбамида, 0,25 см^3 раствора салициловокислого натрия и осторожно, при перемешивании, 3 см^3 серной кислоты. Раствор выдерживают в течение 5 мин, не охлаждая, осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 см^3 воды и 20 см^3 раствора гидроокиси натрия, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, приготовленному так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу NO_3^- в анализируемом реактиве.

Окраска устойчива в течение 1 сут.

5.5 Обработка результатов

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

Допускаемые относительные суммарные погрешности результатов анализа Δ при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Найденная масса нитрат-ионов, мг	*d*, 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

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

5.7 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 см^3 воды, 0,5 см^3 раствора карбамида, 0,5 см^3 раствора салициловокислого натрия и 7 см^3 серной кислоты. Через 5 мин объем раствора доводят водой до 100 см^3. 25 см^3 полученного раствора (соответствуют $^1/_4$ части первоначальной навески реактива) помещают пипеткой в мерную колбу, прибавляют 13 см^3 раствора гидроокиси натрия, объем раствора доводят водой до метки и фотометрируют. Градуировочный график строят в таких же условиях, с тем расчетом, чтобы в 25 см^3 приготовленного раствора содержалось 0,01—0,05 мг NO_3^-.

5.8 Если анализируемый раствор мутный или в нем наблюдается опалесценция, в результат определения вводят поправку, для чего измеряют в условиях определения оптическую плотность раствора навески анализируемого реактива (из которой проводилось определение) в 50 см^3 воды. Оптическую плотность измеряют по отношению к воде и полученную величину вычитают из оптической плотности анализируемого раствора.

5.9 В случае невозможности проведения окончания определения в среде раствора гидроокиси натрия допускается заканчивать определение в аммиачной среде, о чем должно быть указано в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив. Аммиак следует прибавлять в избытке, равном 10 $см^3$ 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 результат 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.

5.10 При определении нитратов в солях амфотерных металлов объем раствора гидроокиси натрия увеличивают, прибавляя его до растворения выпавшего в начале осадка.

УДК 54-41:543.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение нитратов

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
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