

ГОСТ 10671.2-74

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н И Й

С Т А Н Д А Р Т

## РЕАКТИВЫ

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ НИТРАТОВ

Издание официальное



Министерство  
Социальной политики  
2007

## РЕАКТИВЫ

## Методы определения примеси нитратов

ГОСТ  
10671.2—74

Reagents. Methods for determination of nitrates

МКС 71.040.30  
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.75

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).

## (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 1а. Общие указания

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

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 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 реагента, проведение предварительной обработки навески, масса нитратов в растворах сравнения, соответствующая норме, должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реагент.

## 1а.1, 1а.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

1а.3. Масса нитратов в навеске анализируемого реагента должна быть в пределах:

0,005—0,030 мг — при определении методом 1;

0,005—0,050 мг — при определении методом 2.

1а.4. Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в нормативно-технической документации на анализируемый реагент.

## 1а.3, 1а.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.5. При взвешивании навески анализируемого реагента и навесок реагентов для приготовления растворов, применяемых для анализа, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

## (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1а.6. (Исключено, Изм. № 2).

1а.7. Если при растворении или разложении навески анализируемого реагента применяют реагенты, в состав которых входит примесь нитратов, то вводят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

## (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.8. При хранении растворов реагентов (если нет указаний об ограничении сроков хранения их) в случае помутнения, образования хлопьев или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

## (Введен дополнительно, Изм. № 1).

## С. 2 ГОСТ 10671.2—74

1а.9. Определение примеси нитратов необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с кислотами и легколетучими солями, содержащими нитраты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 1. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНДИГОКАРМИНА (МЕТОД 1)

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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1(2)—2—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 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227;

цилиндр 1(3)—50, 1—1000 по ГОСТ 1770;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

индигокармин (индигосульфонат натрия) с установленным содержанием основного вещества, которое определяют следующим образом: около 0,2500 г индигокармина помещают в коническую колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup>, растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, перемешивают до полного растворения индигокармина, доводят объем раствора водой до 600 см<sup>3</sup> и титруют раствором марганцовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в коричнево-желтую (1 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,01165 г индигокармина).

Раствор индигокармина готовят следующим образом:

0,20 г индигокармина (при массовой доле основного вещества менее 95 % массу навески индигокармина ( $m$ ) в граммах вычисляют по формуле  $m = 0,20 \frac{100}{X}$ , где  $X$  — фактическая массовая доля индигокармина, %) растворяют в 500 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты в мерной колбе, прибавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты.

Раствор индигокармина хранят в темном месте: пригодность раствора проверяют через каждые 14 дней (описание проверки пригодности — по п. 1.2);

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации  $c$  (1/5 KMnO<sub>4</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.); 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, содержащий NO<sub>3</sub><sup>-</sup>; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг NO<sub>3</sub><sup>-</sup> в 1 дм<sup>3</sup>. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

#### 1.2. Проверка пригодности раствора индигокармина

В две конические колбы вместимостью 50 или 100 см<sup>3</sup> каждая помещают растворы, содержащие 0,030 и 0,035 мг NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, доводят объемы растворов водой до 10 см<sup>3</sup>, прибавляют при перемешивании 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора индигокармина, 12 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и оставляют в покое на 5 мин.

Голубая окраска раствора, содержащего 0,030 мг NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, должна быть темнее раствора, содержащего 0,035 мг NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

#### 1.3. Проведение испытания

Навеску анализируемого реагента помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 см<sup>3</sup> и растворяют в 10 см<sup>3</sup> воды. К раствору прибавляют при перемешивании 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора индигокармина и 12 см<sup>3</sup> 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 нитратов в миллиграммах, указанную в нормативно-технической

документации на анализируемый реагент, 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора индиго-кармина и 12 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты.

1.1-1.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ САЛИЦИЛОВОКИСЛОГО НАТРИЯ (метод 2)

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<sub>2</sub> применяют карбамид.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 2.1. Аппаратура, реагенты и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа;  
колба 2—50—2 по ГОСТ 1770;  
колба Кн-2—250—34 ТХС или стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336;  
пипетки 4(5)—2—1, 6(7)—2—5(10), 6(7)—2—25 или 2(3)—2—25 по ГОСТ 29227;  
цилиндр 1(3)—50 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, ч.д.а. или фармакопейный, раствор с массовой долей 10 %;  
натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517;  
раствор, содержащий NO<sub>3</sub>, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением его готовят раствор, содержащий 0,1 мг NO<sub>3</sub> в 1 см<sup>3</sup>.

### 2.2. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в сухие мерные колбы помещают растворы, содержащие 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг NO<sub>3</sub>, доводят объемы растворов водой до 0,75 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий NO<sub>3</sub>.

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

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют 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 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 2.3. Проведение испытания

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

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, приготовленному так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу NO<sub>3</sub> в анализируемом реагенте.

Окраска устойчива в течение суток.

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

Допускаемые относительные суммарные погрешности результатов анализа (*Δ*) при доверительной вероятности *P* = 0,95 приведены в таблице.

#### С. 4 ГОСТ 10671.2—74

Найденная масса нитратов, мг	<i>d</i> , 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

2.3, 2.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5. (Исключен, Изм. № 2).

2.6. Если анализируемый реагент имеет щелочную реакцию или разлагается серной кислотой, то количество последней для проведения реакции нитрования увеличивают и соответственно увеличивают количество раствора гидроокиси натрия, что должно быть указано в нормативно-технической документации на анализируемый реагент.

2.7. Если анализируемый реагент 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<sup>3</sup> воды, 0,5 см<sup>3</sup> раствора карбамида, 0,5 см<sup>3</sup> раствора салициловокислого натрия и 7 см<sup>3</sup> серной кислоты. Через 5 мин объем раствора доводят водой до 100 см<sup>3</sup>. 25 см<sup>3</sup> полученного раствора (соответствуют  $\frac{1}{4}$  части первоначальной навески препарата) помешают пипеткой в мерную колбу, прибавляют 13 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> аликовтной части раствора содержалось 0,01—0,05 мг NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

2.8. 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 реагента (из которой проводилось определение) в 50 см<sup>3</sup> воды. Оптическую плотность измеряют по отношению к воде и полученному величину вычитают из оптической плотности анализируемого раствора.

2.9. В случае невозможности проведения окончания определения в среде раствора гидроокиси натрия допускается заканчивать определение в аммиачной среде, о чем должно быть указано в нормативно-технической документации на анализируемый реагент. Аммиак следует прибавлять в избытке, равном 10 см<sup>3</sup> 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 реагента. Определение проводят в условиях методики определения нитратов. Полученное значение оптической плотности вычитают из оптической плотности анализируемого раствора.

2.10. При определении нитратов в солях амфотерных металлов объема раствора гидроокиси натрия увеличивают: прибавляют раствор гидроокиси натрия до растворения выпадающего вначале осадка.

2.7—2.10. (Измененная редакция, Изм. № 2).

**ПРИЛОЖЕНИЕ. (Исключено, Изм. № 2).**

## 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. IV
4. В стандарт введен СТ СЭВ 1434-78
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770-74	1.1, 2.1	ГОСТ 6691-77	2.1
ГОСТ 3118-77	1.1	ГОСТ 6709-72	1.1, 2.1
ГОСТ 3760-79	2.1	ГОСТ 10671.0-74	1a.1
ГОСТ 4204-77	1.1, 2.1	ГОСТ 20490-75	1.1
ГОСТ 4212-76	1.1, 2.1	ГОСТ 25336-82	1.1, 2.1
ГОСТ 4233-77	1.1	ГОСТ 25794.2-83	1.1
ГОСТ 4328-77	2.1	ГОСТ 27025-86	1a.1
ГОСТ 4517-87	1.1, 2.1	ГОСТ 29227-91	1.1, 2.1
		ГОСТ 29251-91	1.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2-92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2-93)
7. ИЗДАНИЕ (февраль 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1989 г. (ИУС 1-80, 11-89)

Редактор *Л.В. Корешникова*  
Технический редактор *Л.А. Гусева*  
Корректор *Н.И. Гавришук*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 14.03.2007. Формат 60 x 84 $\frac{1}{8}$ . Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.  
Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55. Тираж 159 экз. Зак. 206. С 3786.

---

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано в Калужской типографии стандартов.

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.