

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

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси общего азота

ГОСТ
10671.4—74

Reagents. Methods for determination
of nitrogen compounds 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 общего 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 реагентом 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 реагента, проведение предварительной обработки навески, масса общего азота 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 общего азота в навеске анализируемого реагента 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 реагента и навесок реагентов 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 реагента.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.7. 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).

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 отобранный 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 см³; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг N в 1 см³.

Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным;

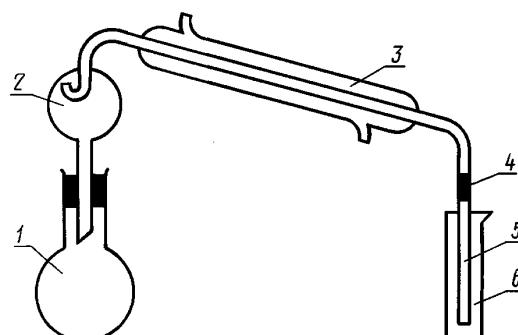
реактив Несслера или реактив Несслера-Винклера; готовят по ГОСТ 4517;

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 см³ 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 см³; стеклянной отводной трубки 5 для наращивания нижнего конца холодильника; резиновой трубы 4.



Черт. 1

C. 3 ГОСТ 10671.4—74

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 см³:

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;

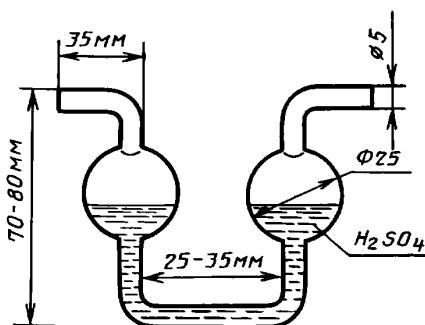
колбы Кн-1—100—14/23 (19/26, 24/29) ТХС по ГОСТ 25336 или пробирки с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³;

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 реагентом Несслера, сравнивая окраску анализируемого дистиллята с окраской контрольного раствора, содержащего в равном объеме дистиллированной воды равное количество реагента Несслера). Затем в цилиндр наливают жидкость для поглощения дистиллята, состоящую из 5 см³ воды и 5 см³ 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 см³, прибавляют 1 г сплава Деварда, 5 см³ раствора гидроокиси натрия (если анализируемый реагент 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 трубы 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 реагент 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 реагент.

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 трубы должен находиться ниже уровня раствора). Растворы переносят в мерные 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 реагента 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 волн 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

C. 5 ГОСТ 10671.4—74

анализируемый реагент 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 реагентов.

Через 1 ч отгоняют из обеих колб по 25 см³ раствора в цилиндры, содержащие по 5 см³ воды и 5 см³ раствора соляной кислоты (конец отводной трубы должен находиться ниже уровня раствора). Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая, прибавляют по 10 см³ воды, перемешивают, прибавляют при перемешивании по 1 см³ раствора гидроокиси натрия и по 1 см³ реагента 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 реагенте.

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 см³

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 см³.

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 см³ раствора гидроокиси натрия и выдерживают в течение 1 ч.

Через 1 ч отгоняют из каждой 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 трубы должен находиться ниже уровня раствора). Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³. К полученным растворам добавляют по 2 см³ раствора гидроокиси натрия и 2 см³ реагента Несслера (или Несслера-Винклера). Доводят объемы водой до метки. Допускается добавление 1 см³ 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 реагента 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 трубы должен находиться ниже уровня раствора). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ раствора гидроокиси натрия и 2 см³ реагента 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 реагенте.

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	$\Delta, \%$	$d, \text{мг}$
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).

С. 7 ГОСТ 10671.4—74

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)**