

Введен в действие
Приказом Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от 7 ноября 2016 г. N 1600-ст

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ НИТРАТОВ

Reagents. Methods for determination of nitrates impurity

ГОСТ 10671.2-2016

МКС 71.040.30

Дата введения
1 января 2018 года

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0-2015 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-2015 "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. N 49-2016)

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2016 г. N 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

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе "Национальные стандарты", а текст изменений и поправок - в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

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 1770-74 (ISO 1042-83, ISO 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212-2016 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517-2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6691-77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10671.0-2016 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный 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 (индигосульфат натрия) с установленным содержанием основного вещества, которое определяют следующим образом: приблизительно 0,2500 г индигокармина помещают в коническую колбу вместимостью 750 см³, растворяют в 30 см³ воды, прибавляют 1 см³ концентрированной серной кислоты, перемешивают до полного растворения индигокармина, доводят объем раствора водой до 600 см³ и титруют раствором марганцовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в коричнево-желтую [1 см³ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации точно с (1/5 KMnO₄) = 0,1 моль/дм³ соответствует 0,01165 г индигокармина].

Индигокармина (индигосульфат натрия) раствор, готовят по 4.2.1.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации с (1/5 KMnO₄) = 0,1 моль/дм³; 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/см³ готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации нитрат-ионов 0,01 мг/см³ 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 см³ раствора серной кислоты в мерной колбе, прибавляют 20 см³ 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

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

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 см³ каждая помещают растворы, содержащие 0,030 и 0,035 мг NO_3^- , доводят объемы растворов водой до 10 см³, прибавляют при перемешивании 1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина, 12 см³ 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 см³ и растворяют в 10 см³ воды. К раствору прибавляют при перемешивании 1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ 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 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ 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/см³, готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации NO_3^- 0,1 мг/см³.

5.3 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в сухие мерные колбы помещают раствор <*>, 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 см³ и перемешивают.

<*> С массовой концентрацией нитрат-ионов 0,1 мг/см³ объемом 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 см³.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий NO_3^- .

В каждый раствор прибавляют 0,5 см³ раствора карбамида, 0,25 см³ раствора салициловокислого натрия и осторожно, при перемешивании, 3 см³ серной кислоты. Растворы выдерживают в течение 5 мин, не охлаждая, затем осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 см³ воды и охлаждают 20 см³ 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 см³ воды, прибавляют 0,5 см³ раствора карбамида, 0,25 см³ раствора салициловокислого натрия и осторожно, при перемешивании, 3 см³ серной кислоты. Раствор выдерживают в течение 5 мин, не охлаждая, осторожно, при перемешивании, прибавляют 20 см³ воды и 20 см³ 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 значение 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 см³ воды, 0,5 см³ раствора карбамида, 0,5 см³ раствора салициловокислого натрия и 7 см³ серной кислоты. Через 5 мин объем раствора доводят водой до 100 см³. 25 см³ полученного раствора (соответствуют 1/4 части первоначальной навески реактива) помещают пипеткой в мерную колбу, прибавляют 13 см³ раствора гидроокиси натрия, объем раствора доводят водой до метки и фотометрируют. Градуировочный график строят в таких же условиях, с тем расчетом, чтобы в 25 см³ приготовленного раствора содержалось 0,01 - 0,05 мг NO₃⁻.

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 см³ 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 см³ 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 вначале осадка.
