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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 10671.3— 2016

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси нитритов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и основной 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. № 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 8 ноября 2016 г. № 1617-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10671.3—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.3—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)

© Стандартинформ, 2016

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 нитритов

Reagents. Methods for determination of nitrites impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси нитритов, при их массе в навеске анализируемого реактива в пределах от 0,0005 до 0,0200 мг:

- визуально-колориметрический;
- фотометрический.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 5821—78 Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

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

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Сущность методов

3.1 Методы основаны на образовании красно-фиолетового азосоединения при взаимодействии 1-нафтиламина и сульфаниловой кислоты с нитрит-ионами.

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 10671.0.

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

4.3 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.

5 Визуально-колориметрический метод

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Цилиндры 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1(2)—1(2)—1—1(2) по ГОСТ 29227.

Раствор массовой концентрации нитрит-ионов NO_2^- 1 мг/см^3 готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,01 и 0,001 мг/см^3 NO_2^-. Растворы пригодны в течение недели.

Реактив Грисса готовят по ГОСТ 4517.

5.2 Проведение анализа

40 см^3 нейтрального анализируемого раствора помещают в цилиндр и прибавляют пипеткой 1 см^3 реактива Грисса.

Наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же количестве: массу NO_2^-, указанную в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив, и 1 см^3 раствора реактива Грисса.

При определении готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси нитрит-ионов соответствует норме, во втором — составляет половину нормы, в третьем — две нормы. Если масса нитрит-ионов в растворах сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, установленные в разделе 1, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

6 Фотометрический метод

6.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Колбы 2—50(100, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—100—18 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821; раствор готовят следующим образом: 0,60 г сульфаниловой кислоты растворяют в 70 см^3 горячей воды. К охлажденному раствору прибавляют 20 см^3 соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 100 см^3 и перемешивают.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 25 %.

1-нафтиламин, раствор готовят следующим образом: 0,60 г 1-нафтиламина растворяют в воде, содержащей 1,4 см^3 соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 100 см^3 и перемешивают. Раствор должен быть бесцветным; допускается слабая опалесценция, которая при разбавлении водой 1:40

должна исчезнуть. Раствор устойчив при комнатной температуре в течение 7 сут при хранении в защищенном от света месте.

Если раствор потемнеет в процессе приготовления, то он непригоден для использования.

Раствор массовой концентрации нитрит-ионов NO_2^- 1 мг/см^3 готовят следующим образом: 1,500 г азотистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в воде, прибавляют 1 см^3 хлороформа, 0,20 г гидроокиси натрия, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации 0,01 и 0,001 мг/см^3 NO_2^-. Применяют в течение недели.

Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

6.2 Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 каждая переносят требуемое количество растворов с массовой концентрацией 0,01 и 0,001 мг/см^3 NO_2^- таким образом, чтобы в колбах содержалось 0,0005; 0,002; 0,005; 0,010; 0,015 и 0,020 мг NO_2^-, доводят объемы растворов водой до 40 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий NO_2^-.

В каждый раствор прибавляют 1 см^3 раствора сульфаниловой кислоты, перемешивают, через 5 мин прибавляют 1 см^3 раствора 1-нафтиламина, 1 см^3 раствора уксуснокислого натрия и снова перемешивают. Объемы растворов доводят водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору при длине волны 500—540 нм (λ_{max} = 520 нм). При определении нитрит-ионов в пределах от 0,0005 до 0,0020 мг применяют кюветы с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм, при определении нитрит-ионов в пределах от 0,002 до 0,020 мг — 20 мм.

По полученным данным строят градуировочные графики.

6.3 Проведение анализа

40 см^3 бесцветного нейтрального анализируемого раствора помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (с меткой на 50 см^3), прибавляют пипеткой 1 см^3 раствора сульфаниловой кислоты, перемешивают и через 5 мин прибавляют 1 см^3 раствора 1-нафтиламина, 1 см^3 раствора уксуснокислого натрия и перемешивают (pH раствора в пределах от 2,0 до 2,5, проба на вынос по универсальной индикаторной бумаге). Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, приготовленному одновременно так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу NO_2^- в анализируемом реактиве.

Окраска устойчива в течение 3 ч.

6.4 Обработка результатов

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа Δ при доверительной вероятности P = 0,95 приведена в таблице 1.

Таблица 1

Найденная масса нитрит-ионов, кг	*d*, мг	Δ, %
От 0,0005 до 0,001	15	±25
Св. 0,001 » 0,002 включ.	15	±15
» 0,002 » 0,020 »	10	±10

УДК 54-41:543.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение нитритов

Редактор *И.А. Косоруков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 15.11.2016. Подписано в печать 13.12.2016. Формат $60 \times 84^1/_8$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84. Тираж 36 экз. Зак. 3150.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

8Ш19671.3-2016