



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
10671.4—
2016



РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси общего азота

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 12286
1 июля 2016 г.



Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственный технический комитет по стандартизации МТК 527 «Химия», Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протоколом от 28 июня 2016 г. №49-2016)

За принятие стандарта 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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 ВЗАМЕН ГОСТ 10671.4-74

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

РЕАКТИВЫ**Методы определения примеси общего азота**

Reagents. Methods for determination of total nitrogen impurity

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси общего азота из нитратов, нитритов и других соединений азота:

- визуально-колориметрический;
- фотометрический.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

- ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. 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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. 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 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 10671.0—2016 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов
- ГОСТ 10779—78 Спирт поливиниловый. Технические условия
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

П р и м е ч а н и е — 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.

3 Сущность методов

Методы основаны на восстановлении нитратов, нитритов и других соединений азота в различных формах сплавом Деварда в щелочной среде до аммиака, отделении его дистилляцией и последующем определении с реактивом Несслера или Несслера-Винклера, окрашенного в желтый цвет соединения.

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 10671.0.

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

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.

4.2 Масса общего азота в навеске анализируемого реактива должна быть:

- 0,02—0,08 мг при определении визуально-колориметрическим методом.

- 0,01—0,05 мг при определении фотометрическим методом;

4.3 При визуально-колориметрическом определении готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси общего азота соответствует норме, во втором составляет половину нормы, в третьем — две нормы. Если масса общего азота в растворах сравнения (половина нормы или две нормы) не укладывается в пределы, указанные в 4.2, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

4.4 Определение примеси общего азота необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с азотной кислотой, аммиаком, аммонийными солями и органическими растворителями.

5 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709. Анализируемые, контрольные растворы и растворы сравнения готовят на одновременно отобранной пробе воды.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 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 аммония; готовят по ГОСТ 4517.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Раствор массовой концентрации азота N 1 мг/см³; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ N. 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 (индикатор) спиртовой, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Прибор для отделения аммиака дистилляцией (рисунок 1), состоящий из следующих частей: колбы круглодонной, вместимостью 250 см³ (1); холодильника стеклянного лабораторного (3) с впаянной трубкой и длиной кожуха от 250 до 400 мм, конец холодильника отгибают под углом 120°; каплеуловителя (2) диаметром 50—60 мм, его припаивают к верхнему концу холодильника, на конец каплеуловителя надевают резиновую пробку, соответствующую диаметру горла круглодонной колбы; цилиндра (6) вместимостью от 50 до 100 см³; стеклянной отводной трубки (5) для наращивания нижнего конца холодильника; резиновой трубки (4).