

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ОРГАНИЧЕСКИЕ

**ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ
АНАЛИЗОВ МЕТОДАМИ ДИАЗОТИРОВАНИЯ И СОЧЕТАНИЯ**

Издание официальное

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.П. Познякевич, Б.Н. Колоколов, канд. хим. наук; Ю.В. Лянде, И.А. Балакирев, канд. хим. наук; Н.Н. Красикова, Т.И. Букатина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.12.83 № 5791

3. ВЗАМЕН ГОСТ 16923—71

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.1; 2.1
ГОСТ 3118—77	1.1; 2.1
ГОСТ 3760—79	1.1
ГОСТ 4160—74	2.1
ГОСТ 4197—74	1.1; 2.1
ГОСТ 4517—87	1.1; 2.1
ГОСТ 5819—78	2.1
ГОСТ 5821—78	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1; 2.1
ГОСТ 24104—88	1.1; 2.1
ГОСТ 25336—82	1.1; 2.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 02.09.99. Подписано в печать 07.10.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 165 экз. С3783. Зак. 842.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ПРОДУКТЫ ОРГАНИЧЕСКИЕ****Приготовление титрованных растворов для
анализов методами диазотирования и сочетания****ГОСТ
16923—83**Organic products. Preparation of standard solutions for
analyses by diazotization and combination methods

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.85

Настоящий стандарт распространяется на органические продукты и устанавливает способы приготовления титрованных растворов азотистокислого натрия и диазосоединений для анализов методами диазотирования и сочетания.

1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ АЗОТИСТОКИСЛОГО НАТРИЯ**1.1. Аппаратура, материалы и реактивы**

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Кислота сульфаниловая безводная по ГОСТ 5821, ч.д.а., дважды перекристаллизованная из воды и высушенная при 120 °С.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага йодкрахмальная, готовят по ГОСТ 4517.

Бумага «конго».

Колба мерная по ГОСТ 1770, исполнения 1 или 2, вместимостью 1 дм³.Стаканы типа В по ГОСТ 25336, исполнения 1 или 2, вместимостью 250 см³, 600 см³ и 1 дм³.Цилиндры по ГОСТ 1770, исполнения 1, 2 или 3, вместимостью 25 см³, 500 см³ или 1 дм³.Пипетка вместимостью 10 см³.Бюретка исполнения 1, 2 или 3, 2-го класса точности, вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Термометр ТЛ-2 1-А (Б)2.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).**1.2. Приготовление растворов азотистокислого натрия****1.2.1. Приготовление раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³**69,00—70,00 г азотистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и перемешивают. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.**1.2.2. Приготовление раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³**34,50—35,00 г азотистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и перемешивают. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

1.2.3. *Приготовление раствора азотистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³*

6,90—7,00 г азотистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и перемешивают. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

1.2.1—1.2.3. *(Измененная редакция, Изм. № 1).*

1.3. Определение поправочного коэффициента к титру раствора азотистокислого натрия

Поправочный коэффициент к титру приготовленных растворов азотистокислого натрия определяют по сульфаниловой кислоте.

1.3.1. *Определение поправочного коэффициента к титру раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³*

4,0000—4,5000 г сульфаниловой кислоты помещают в стакан вместимостью 1 дм³ и растворяют в 250 см³ дистиллированной воды, прибавляя необходимое для растворения количество раствора водного аммиака (2,0±0,5) см³. Затем разбавляют дистиллированной водой до 800 см³, подкисляют соляной кислотой до кислой реакции по бумаге «конго» и прибавляют еще 10 см³ соляной кислоты. Полученный раствор титруют из бюретки раствором азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³ при температуре 15—20 °С. В конце титрования раствор азотистокислого натрия прибавляют медленно по каплям.

Конечную точку титрования устанавливают по появлению слабо-синего пятна в пробе на йодкрахмальной бумаге, сохраняющегося при повторном нанесении пробы через 2 мин. Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов, но без сульфаниловой кислоты, проверяя чувствительность йодкрахмальной бумаги.

Поправочный коэффициент (K_1) раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{m}{(V - V_1) \cdot 0,17319},$$

где m — масса навески сульфаниловой кислоты, г;

V — объем раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³, израсходованный на титрование при основном определении, см³;

V_1 — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование при контрольном определении, см³;

0,17319 — масса сульфаниловой кислоты, соответствующая 1 см³ точно раствора азотистокислого натрия концентрации 1,0 моль/дм³.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата анализа ±0,0020 при доверительной вероятности 0,95.

1.3.2. *Определение поправочного коэффициента к титру раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³*

2,0000—2,5000 г сульфаниловой кислоты помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, прибавляя необходимое для растворения количество водного аммиака (1,0±0,5) см³, затем разбавляют дистиллированной водой до 400 см³, подкисляют соляной кислотой до кислой реакции по бумаге конго, прибавляют еще 5 см³ соляной кислоты и при температуре 15—20 °С титруют раствором азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³.

Далее определение проводят, как указано в п. 1.3.1.

Поправочный коэффициент (K_2) раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³ вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{m}{(V - V_1) \cdot 0,086595},$$

где m — масса навески сульфаниловой кислоты, г;

V — объем раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование при основном определении, см³;

V_1 — объем раствора азотистокислого натрия, израсходованный на титрование при контрольном определении, см³;

0,086595 — масса сульфаниловой кислоты, соответствующая 1 см³ точно раствора азотистокислого натрия концентрации 0,5 моль/дм³, г.