

**Изменение № 2 ГОСТ 10671.4—74 Реактивы. Методы определения общего содержания примеси азота**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.06.89 № 1809

Дата введения 01.01.90

Стандарт дополнить индексом: УДК 54—41:546.17.06:006.354.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «**Реактивы. Методы определения примеси общего азота**

Reagents. Methods for determination of nitrogen compounds impurity general content».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2609.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «общего содержания примеси азота» на «примеси общего азота».

Пункты 1а.1, 1а.2 изложить в новой редакции: «1а.1. Общие указания и требования к методам анализа по ГОСТ 27025—86 и ГОСТ 10671.0—74.

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 реактива, проведение предварительной обработки навески, масса общего азота в растворах сравнения, соответствующая норме, должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив».

Пункт 1а.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Масса общего азота в навеске анализируемого реактива должна быть»;

второй абзац. Заменить слова: «фотометрическим методом» на «фотометрическими методами».

Пункт 1а.4 изложить в новой редакции: «1а.4. При взвешивании навески анализируемого реактива и навесок реактивов для приготовления растворов, используемых при анализе, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака».

Пункт 1а.6. Заменить слова: «определяемого аниона» на «нитратов, нитритов и др.».

Раздел 1а дополнить пунктами — 1а.8 — 1а.10: «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».

Раздел 1. Наименование изложить в новой редакции: «**1. Реактивы, растворы, приборы и посуда**»;

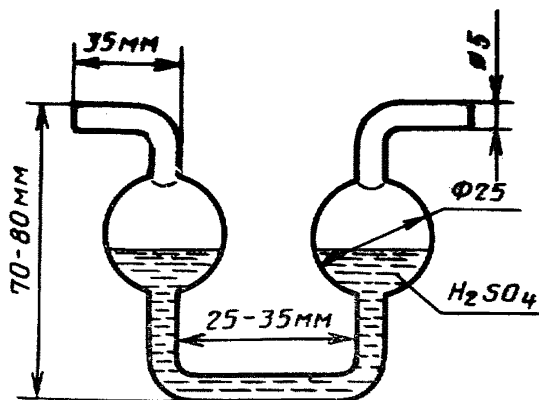
второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %»;

третий абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор с массовой долей 0,4 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор, не содержащий  $\text{NH}_4$ » на «раствор с массовой долей 20 %, не содержащий  $\text{NH}_4$ »;

(Продолжение см. с. 174)

заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;  
пятый абзац. Исключить слово: «безводный»;  
шестой абзац. Заменить слово: «азот» на N;  
восьмой абзац изложить в новой редакции: «реактив Несслера или реактив Несслера-Винклера, готовят по ГОСТ 4517—87»;  
девятый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «по ГОСТ 10779—78, раствор с массовой долей 1 %»;  
одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «фенолфталеин спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77»;  
двенадцатый абзац. Заменить слова: «(см. черт.)» на «(см. черт. 1)»;  
исключить слова: «длинногорлой без шлифов», «измерительного», «с носиком»; исключить ссылки: ГОСТ 25336—82, ГОСТ 1770—74;  
тринадцатый абзац. Заменить слова: «дистилляционных установок» на «приборов для отделения аммиака дистилляцией»;  
предпоследний абзац исключить;  
последний абзац изложить в новой редакции: «Для определения примесей общего азота по разд. 5 применяют прибор с делительной воронкой. При необходимости может быть применена круглодонная колба с двумя горловинами вместимостью 500 см<sup>3</sup>»;  
дополнить абзацами: «воронка ВД-1—10(25) ХС по ГОСТ 25336—82; клапан Бунзена; колбы К-2—250—34 ТХС и К-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336—82 или колба КГУ-2—2—500—29/32 по ГОСТ 25336—82; колбы Кн-1—100—14/23 (19/26, 24/29) ТХС по ГОСТ 25336—82 или пробирки с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup>; колбы 2—50—2 или 2—100—2 по ГОСТ 1770—74; насадка (черт. 2) или воронка ВП<sub>р</sub>—2ХС по ГОСТ 25336—82; пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 20292—74; цилиндры 2(4)—50 и 2(4)—100 по ГОСТ 1770—74»;  
чертеж дополнить словами: «черт. 1»;  
дополнить чертежом — 2:



Черт. 2

Раздел 2. Второй абзац. Заменить слова: «дистилляционная установка» на «прибор для отделения аммиака дистилляцией», «перегонной колбе» на «круглодонной колбе»; исключить слово: «мерный».

Раздел 3. Первый, второй абзацы. Заменить слова: «для дистилляции» на «для отделения аммиака дистилляцией»;

третий абзац. Исключить слово: «мерный»; заменить слова: «0,1 н. раствора серной или соляной кислоты» на «раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 % или раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 %»;

(Продолжение см. с.176)

четвертый — шестой абзацы изложить в новой редакции: «50 см<sup>3</sup> 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 реактив и в п. 1а.9 настоящего стандарта, 1 г сплава Дебарда и 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия.

К анализируемому раствору и растворам сравнения прибавляют одновременно при тщательном перемешивании по 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и по 1 см<sup>3</sup> раствора Несслера или Несслера-Винклера»;

седьмой абзац дополнить словами: «содержащего в том же объеме массу N в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативно-технической документации норме на анализируемый реактив»;

восьмой абзац. Заменить слова: «раствор сравнения» на «растворы сравнения».

Пункт 4.1. Третий, четвертый абзацы. Заменить слова: «для дистилляции» на «для отделения аммиака дистилляцией»;

пятый абзац. Заменить слова: «мерный цилиндр» на «цилиндр»; после слова «кислоты» дополнить словами: «(конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора)»;

шестой абзац. Заменить слова: «колбы» на «мерные колбы», «реактива Несслера» на «реактива Несслера (или Несслера-Винклера)».

Пункт 4.2. Первый абзац. Заменить слова: «едким натром» на «гидроокисью натрия», «для дистилляции» на «для отделения аммиака дистилляцией»;

второй абзац. Заменить слова: «для дистилляции» на «для отделения аммиака дистилляцией»;

четвертый абзац. Заменить слова: «мерные цилиндры» на «цилиндры», «графиком, находят общее содержание азота» на «градуировочным графиком, находят массу общего азота в миллиграммах»; после слова «кислоты» дополнить словами: «(конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора)».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции:

«4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми ( $d$ ) не превышает допустимое расхождение, указанное в табл. 1.

Допускаемая относительная суммарная погрешность ( $\Delta$ ) результата анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  приведена в табл. 1.

Таблица 1

Найденная масса общего азота, мг	$\Delta$ , %	$d$ , мг
От 0,01 до 0,02 включ.	$\pm 30$	0,006
Св. 0,02 » 0,04 »	$\pm 15$	0,006
» 0,04 » 0,05 »	$\pm 10$	0,006

Пункт 5.1. Первый абзац после слов «объем раствора» дополнить словом: «водой»;

третий абзац изложить в новой редакции: «В каждый раствор добавляют 1 г сплава Дебарда и присоединяют круглодонную колбу к прибору для отгонки аммиака дистилляцией. Через делительную воронку прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и выдерживают в течение 1 ч»;

четвертый абзац исключить;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Через 1 ч отгоняют из каждой круглодонной колбы 75 см<sup>3</sup> раствора в цилиндр, содержащий 5 см<sup>3</sup> раствора

(Продолжение см. с. 176)

серной кислоты с массовой долей 0,5 % или раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 % и 15 см<sup>3</sup> воды (конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора). Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. К полученным растворам добавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и 2 см<sup>3</sup> реактива Несслера (или Несслера-Винклера). Доводят объемы водой до метки. Допускается добавление 1 см<sup>3</sup> поливинилового спирта.

Пункт 5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Навеску анализируемого реактива помещают в круглодонную колбу, растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до бледно-розовой окраски. Затем добавляют 1 г сплава Де-варда и соединяют круглодонную колбу с прибором для отделения аммиака дистиляцией. Через делительную воронку прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и выдерживают в течение 1 ч. Через 1 ч отгоняют из круглодонной колбы 75 см<sup>3</sup> раствора в цилиндр, содержащий 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с массовой долей 0,5 % или раствора соляной кислоты с массовой долей 0,4 % и 15 см<sup>3</sup> воды (конец отводной трубки должен находиться ниже уровня раствора). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и 2 см<sup>3</sup> реактива Несслера (или Несслера-Винклера) и доводят объем раствора водой до метки. Допускается добавление 1 см<sup>3</sup> поливинилового спирта»;

третий абзац. Заменить слова: «содержание азота» на «массу азота в миллиграммах».

Пункт 5.3 изложить в новой редакции: «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 ( $\Delta$ ) результата анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  приведена в табл. 2.

Таблица 2

Найденная масса общего азота, мг	$\Delta$ , %	$d$ , мг
От 0,01 до 0,03 включ.	$\pm 20$	0,004
Св. 0,03 » 0,04 »	$\pm 10$	0,005
» 0,04 » 0,05 »	$\pm 10$	0,008

(ИУС № 10 1989 г.)