ГОСТ 30181.4—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУММАРНОЙ МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОТА, СОДЕРЖАЩЕГОСЯ В СЛОЖНЫХ УДОБРЕНИЯХ И СЕЛИТРАХ В АММОНИЙНОЙ И НИТРАТНОЙ ФОРМАХ (МЕТОД ДЕВАРДА)

Издание официальное

БЗ 8—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 84 «Неорганические продукты азотной группы на базе аммиака и азотной кислоты и полупродукты их производства»

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6—94 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 07 июня 1996 г. № 358 межгосударственный стандарт ГОСТ 30181.4—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 20851.1—75 в части раздела 4

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

Метод определения суммарной массовой доли азота, содержащегося в сложных удобрениях и селитрах в аммонийной и нитратной формах (метод Деварда)

Mineral fertilizers.
Method for determination of total mass fraction of nitrogen in compound fertilizers and nitrate fertilizers in ammonium and nitrate forms (Deward method)

Дата введения 1997—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения массовой доли азота, содержащегося в аммонийной и нитратной формах в сложных удобрениях и селитрах. Диапазон определения массовых долей азота — 8—35 %.

Продолжительность анализа — 6 ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ±2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовых долей азота 11—35 %).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Растворы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6341—75 Реактивы. Кислота янтарная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12871—93 Асбест хризотиловый. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные.

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на восстановлении нитратного азота до аммонийного сплавом Деварда в присутствии гидроокиси натрия, с последующей отгонкой аммиака из щелочного раствора в раствор серной кислоты и обратным титрованием избытка кислоты раствором гидроокиси натрия в присутствии смешанного индикатора.

4 РЕАКТИВЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., концентрированная и растворы молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 или 0,5 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., растворы с массовой долей 40 % и молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 или 0,5 моль/дм^3.

Калий фталевокислый кислый по НД, ч.д.а. или кислота янтарная по ГОСТ 6341, х.ч., перекристаллизованные по ГОСТ 4919.2, или кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х.ч.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %, приготовленный при нагревании.

Бромкрезоловый зеленый, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 % или метиленовый голубой (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный при слабом нагревании.

Смешанный кислотно-основной индикатор (метиловый красный и бромкрезоловый или метиловый красный и метиленовый голубой), готовят по ГОСТ 4919.1, 3.2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Сплав Деварда по НД, ч.д.а., растертый до размера частиц приблизительно 1 мм в металлической ступке.

Бумага индикаторная универсальная по НД.

Фильтры обеззоленные («синяя лента») по НД.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769, х.ч., высушенный до постоянной массы при 105 °С.

5 АППАРАТУРА

Весы лабораторные общего назначения модель ВЛР-200 по ГОСТ 24104 или весы другого типа с пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$ г, не ниже 2-го класса точности.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Колба 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 5, 10, 25, 50 $см^3$.

Бюретки вместимостью 25 и 50 $см^3$.

Цилиндры 1(3)-50, 1-500 по ГОСТ 1770.

Прибор для отгонки аммиака (рисунки 1, 2) или аналогичный прибор.

Прибор комплектуется:

- колбой К-2-1000-42 ТХС по ГОСТ 25336;
- каплеуловителем КО-60 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронкой капельной (рисунки 1, 2);
- холодильником ХШ-1-300-29/32 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбой (приемником) Кн-2-500-35 ТХС по ГОСТ 25336 и барбатером (рисунок 1) или колбой (приемником) конической вместимостью 500 $см^3$ с отводной трубкой (рисунок 2);
- электроплиткой по ГОСТ 14919 или колбонагревателем.

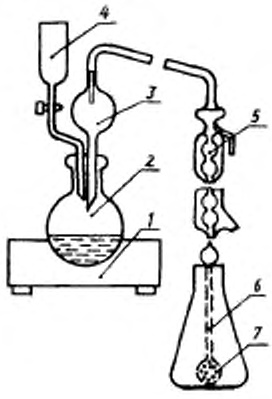
Асбест по ГОСТ 12871.

Пробирки типов П1 — П4 вместимостью не более 10 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Промывалка любого исполнения.

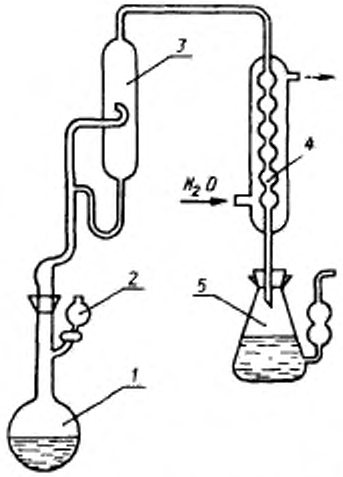
Встряхиватель механический, ротационный или реверсивный.

Средства против бурного кипения — «кипелки», представляющие собой стеклянную трубку размером 100 × 5 мм с полиэтиленовой трубкой длиной 25 мм на конце или стеклянные шарики диаметром



1 колбонагреватель, *2* - реакционная колба вместимостью 0,5 — 1,0 дм³, *3* - каплеуловитель, *4* - капельная воронка с краном, *5* - холодильник, *6* - приемник, *7* - барбатер

Рисунок 1 — Прибор для отгонки аммиака



1 — колба стеклянная круглодонная, *2* — воронка стеклянная капельная; *3* — каплеуловитель, *4* — холодильник стеклянный шариковый; *5* — колба коническая

Рисунок 2 Прибор для отгонки аммиака

3—5 мм, или кусочки пористого материала, устойчивые в данной среде (пемза, гранулы оксида алюминия (III)).

Колба Кн-2-250-34 по ГОСТ 25336

Капельница 3-7/11 ТХС по ГОСТ 25336.

Шпатель 2(3) или ложка 2(3) по ГОСТ 9147

Ступка металлическая.

6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

6.1 Определение коэффициента поправки *K* для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия

При определении коэффициента поправки для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ навеску янтарной кислоты массой 0,25 г или кислого фталевокислого калия массой 0,5 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 50 см³ дистиллированной воды,

раствор янтарной кислоты нагревают до кипения. Затем добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Действительную молярную концентрацию раствора гидроокиси натрия C_0, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{m_0}{M} \frac{1000}{V_0}, \quad (1)$$

где m_0 — масса навески установочного вещества, г;

M — молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль;

V_0 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование навески, см^3.

Коэффициент поправки K вычисляют по формуле

$$K = \frac{C_0}{0{,}1}, \quad (2)$$

где C_0 — действительная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм^3;

0,1 — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм^3.

Аналогично определяют коэффициент поправки для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, увеличив навеску установочного вещества в пять раз.

6.2 Проверку работы прибора проводят следующим образом: навеску сернокислого аммония (для одновременной проверки качества сплава Деварда можно использовать азотнокислый калий или натрий), содержащую 100 мг азота (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в реакционную колбу (рисунки 1, 2), собирают прибор в соответствии с рисунком 1 или 2 и проводят операции, указанные в разделе 7.

Полученный результат может отличаться от заданной массовой доли азота не более чем на значение погрешности анализа.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Массу навески удобрения устанавливают от 1,5 до 2 г в зависимости от массовой доли азота в удобрении (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Навеску удобрения помещают в мерную колбу вместимостью

250 см³, приливают $^2/_3$ вместимости колбы дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой и перемешивают в течение 5—30 мин (в зависимости от растворимости удобрения) на механическом встряхивателе или вручную. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Пипеткой отбирают 50 см³ фильтрата и переносят в реакционную колбу (рисунок 1). Навеска удобрения может быть внесена непосредственно в реакционную колбу, если удобрение полностью растворимо. Проба, вносимая в реакционную колбу, должна содержать не более 60 мг нитратного азота.

После этого в колбу добавляют 2—3 г сплава Деварда и 250—300 см³ дистиллированной воды.

Собирают прибор в соответствии с рисунком 1 или 2.

Перед соединением из бюретки в приемник наливают 25—60 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,5 или 0,1 моль/дм³, затем добавляют 3 капли смешанного индикатора и такой объем дистиллированной воды, чтобы барбатер (рисунок 1) или отверстие боковой трубки (рисунок 2) были закрыты жидкостью.

Из капельной воронки в круглодонную колбу осторожно приливают 30—50 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 %. Затем закрывают кран, оставив в капельной воронке около 2 см³ раствора, и добавляют в нее 30 см³ воды. После прекращения бурной реакции в реакционной колбе колбу нагревают, доводят содержимое колбы до интенсивного кипения и кипятят раствор до тех пор, пока из колбы не отгонится $^2/_3$ жидкости. Затем проверяют отсутствие аммиака в конденсате, для этого отсоединяют приемник, обмывают конец барбатера (срез выходной трубки холодильника в случае использования колбы с отводной трубкой), сливая промывные воды в приемник, набирают в пробирку около 1 см³ дистиллята и испытывают полноту отгонки аммиака при помощи индикаторной бумаги (значение pH 6—7). При большем значении pH отгонку продолжают, проверяя каждые 10 мин отсутствие аммиака в конденсате, как это указано выше.

После окончания отгонки удаляют источник тепла, приемник с холодильником отсоединяют, промывают холодильник дистиллированной водой, сливая промывные воды в приемник.

Избыток серной кислоты оттитровывают раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ или 0,1 моль/дм³ в присутствии смешанного индикатора до изменения окраски от фиолетовой до зеленой.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта. Контрольный опыт проводят ежедневно и при применении новых реактивов

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Суммарную массовую долю азота X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot C \cdot 14 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 1000}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты при проведении контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты при анализе пробы, см^3;

K — коэффициент поправки для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия;

C — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия (0,5 или 0,1), моль/дм^3;

14 — молярная масса эквивалента азота, г/моль;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовых долей азота 11,0 – 35,0 %).

УДК 631.82:546.17.06:006.354 ОКС 71.040.40 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: удобрения минеральные, химический анализ, азот, объемный анализ

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 04.11.96. Подписано в печать 05.12.96
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 220 экз. С4092. Зак. 634

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru