АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.518.001.4:006.354

ОТ СТАНДАРТИНФОРМ

Сборник «Аммиак жидкий технический. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 ноября 2005 г.
В стандарты внесены изменения, принятые до указанного срока.
Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты».

© Стандартинформ, 2006

Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения остатка после испарения

ГОСТ 28326.1—89

Technical liquid ammonia.
Methods for determination of residue after evaporation

(ИСО 4276—78)

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и объемный методы определения массовой доли остатка после испарения от 0,15 % до 0,45 %.

Методы предназначены для определения массовой доли воды в жидком аммиаке марок Ак и Б.

При разногласиях в оценке массовой доли воды в продукте указанных марок анализ проводят гравиметрическим методом.

1. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1. Метод основан на взвешивании остатка после испарения и измерении в нем массы аммиака титриметрическим методом.

1.1. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

Объем пробы составляет 100 $см^3$.

1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$ г.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328**.

Весы лабораторные квадрантные по ГОСТ 24104 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления не более 0,1 г.

Пробирка пробоотборная по ГОСТ 6221 вместимостью 150 $см^3$, с меткой, соответствующей вместимости 100 $см^3$, снабженная притертой стеклянной пробкой 29/32.

Термометры с диапазоном измеряемых температур от минус 30 °С до плюс 50 °С.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—20, 4—2—2 по НТД.

Бюретки 3—2—25—0,1, 6—2—1 по НТД.

Реометр РОС-4 по ГОСТ 9932 или другой измеритель расхода газа с верхним пределом измерения не ниже 100 $дм^3/ч$.

Секундомер СОПпр-3б-1-000 или любого другого типа, часы песочные.

Колба Кн-2—500—29/32 по ГОСТ 25336.

Капельница 3—7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Сосуд Дьюара стеклянный для жидкостей или стакан 6,7 по ГОСТ 9147.

Трубки резиновые технические по ГОСТ 5496.

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4 = 1 моль/$дм^3$ (поправочный коэффициент определяют по углекислому натрию по ГОСТ 25794.1) и c (1/2 H_2SO_4) = = 2 моль/$дм^3$.

*С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

**С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Оксид углерода (IV) твердый по ГОСТ 12162 или по ГОСТ 8050.

Ацетон технический по ГОСТ 2768.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х.ч.

Воздух для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

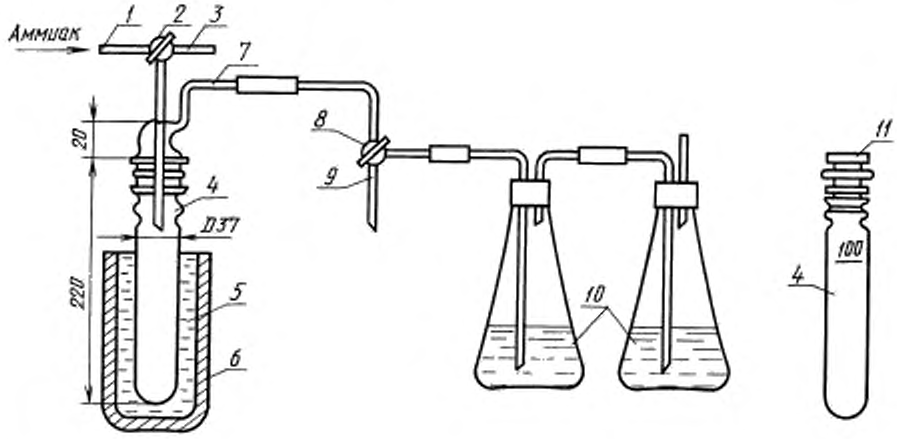
Метиловый красный, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

1.3. Подготовка к анализу

В две конические колбы вместимостью 500 см^3 каждая наливают по 250 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 2 моль/дм^3, добавляют несколько капель раствора метилового красного и взвешивают вместе с соединительными трубками (результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака).

Пробоотборную пробирку, закрытую пробкой, взвешивают (результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака), погружают в сосуд Дьюара, на $^3/_4$ заполненный охлаждающей смесью (оксид углерода (IV) твердый в смеси с этиловым спиртом или ацетоном), обеспечивающей температуру, равную минус 70 °С—80 °С. После снятия пробки соединяют пробирку с коническими колбами *10* (чертеж).



1, 3, 7, 9 — трубка; *2, 8* — трехходовой кран; *4* — пробоотборная пробирка, *5* — сосуд Дьюара; *6* — охлаждающая смесь, *10* — коническая колба; *11* — пробка

С помощью резиновой трубки подсоединяют трубку *1* к пробоотборной точке жидкого аммиака (см. ГОСТ 6221).

Аммиак выпускают в атмосферу, пока трубки *1* и *3* не будут достаточно хорошо охлаждены и аммиак не начнет выходить в виде капель.

После этого трехходовой кран *2* поворачивают в положение, соединяющее трубку *1* с пробоотборной пробиркой *4*, оставляя трубку *9* открытой с помощью крана *8*, и сразу поворачивают кран *8* так, чтобы соединить конические колбы *10* с пробоотборной пробиркой *4* через трубку *7*, одновременно перекрыв трубку *9*.

Жидкий аммиак поступает в пробоотборную пробирку *4*, а выделяющиеся при этом пары аммиака абсорбируются раствором серной кислоты, находящейся в конических колбах *10*.

По достижении аммиаком объема 100 см^3 в пробоотборной пробирке *4* кран *8* закрывают, изолируя конические колбы *10*, и соединяют пробоотборную пробирку *4* с атмосферой. Одновременно поворачивают кран *2*, выпуская пары аммиака в атмосферу через трубку *3*. После этого закрывают вентиль тонкой регулировки, вентиль подачи жидкого аммиака пробоотборного узла, отсоединяют от последнего трубку *1*, а затем отсоединяют пробоотборную пробирку.

1.4. Проведение анализа

Пробоотборную пробирку с пробкой вынимают из сосуда Дьюара и дают аммиаку испариться

при температуре окружающего воздуха до получения остатка, состоящего из водного раствора аммиака, масла и других веществ, нелетучих при температуре 15 °С—20 °С.

Остаток в пробоотборной пробирке продувают воздухом (расход воздуха 100 $дм^3$/ч) в течение 30 с, после чего закрывают пробоотборную пробирку пробкой и взвешивают (результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

К остатку добавляют 50 $см^3$ воды, несколько капель раствора метилового красного, встряхивают и титруют раствором серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ до перехода желтой окраски в красную.

Две конические колбы после поглощения паров аммиака и достижения ими температуры окружающего воздуха взвешивают (результат записывают с точностью до первого десятичного знака).

1.5. Обработка результатов

Массу аммиака, содержащегося в остатке, (m), в граммах вычисляют по формуле

$$m = 0{,}017 \cdot V \cdot K_1,$$

где V — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,017 — масса аммиака, соответствующая 1 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$, г;

K_1 — поправочный коэффициент к молярной концентрации серной кислоты.

1.6. Остаток после испарения аммиака (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1 - m) \cdot 100}{(V_1 \cdot 0{,}682) + (m_4 - m_3)},$$

где m_2 — масса пробоотборной пробирки с остатком, г;

m_1 — масса пробоотборной пробирки, г;

m — масса аммиака, содержащегося в остатке, г;

V_1 — объем испытуемой пробы, $см^3$;

0,682 — плотность жидкого аммиака, г/$см^3$;

m_4 — масса двух конических колб с серной кислотой после поглощения аммиака, г;

m_3 — масса двух конических колб с серной кислотой до поглощения аммиака, г.

Допускается отбирать пробу жидкого аммиака без использования конических колб. В этом случае в формулу вводится коэффициент испарения K (см. приложение) и остаток после испарения (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1 - m) \cdot 100 \cdot K}{V_1 \cdot 0{,}682}.$$

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 % от среднего значения определяемой величины, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ (для интервала массовых долей 0,2 %—0,4 %.

2. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД

Метод основан на визуальном определении объема остатка после испарения пробы жидкого аммиака, содержащегося в градуированной узкой части пробоотборника.

2.1. Аппаратура

Пробоотборник по ГОСТ 6221.

Секундомер СОПпр-3б-1—000 или другого типа, часы песочные.

Термометры с диапазоном измеряемых температур от минус 30 °С до плюс 50 °С.

Баня водяная.

2.2. Проведение анализа

Нижнюю часть пробоотборника выдерживают в водяной бане при температуре (15± 0,5) °С в течение 10 мин и определяют объем остатка после испарения пробы жидкого аммиака.

2.3. Обработка результатов

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}890 \cdot 0{,}684 \cdot 100}{V_1 \cdot 0{,}682},$$

где V — объем остатка после испарения, см^3;

K — коэффициент испарения (приложение);

0,890 — плотность остатка после испарения аммиака, г/см^3;

0,684 — массовая доля воды в остатке после испарения;

V_1 — объем пробы жидкого аммиака, см^3;

0,682 — плотность жидкого аммиака, г/см^3.

После преобразований при объеме пробы аммиака 200 см^3 формула примет вид

$$X = 0{,}446 \cdot V \cdot K.$$

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ (для массовой доли воды 0,3 %).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Значение коэффициента испарения жидкого аммиака в зависимости от температуры (давления насыщенных паров) аммиака и окружающей среды

Давление насыщенных паров аммиака, МПа	Температура аммиака, °С	Коэффициент испарения жидкого аммиака при температуре окружающей среды, °С								
		−30	−25	−15	−5	0	+5	+15	+25	+30
0,10	−34	1,00	1,00	0,99	0,99	0,98	0,98	0,98	0,97	0,97
0,11	−32	1,00	0,99	0,99	0,98	0,98	0,97	0,97	0,96	0,96
0,12	−30	0,99	0,99	0,98	0,97	0,97	0,97	0,96	0,96	0,95
0,14	−28	0,98	0,98	0,97	0,97	0,97	0,96	0,96	0,95	0,95
0,15	−26	0,98	0,97	0,97	0,96	0,96	0,96	0,95	0,94	0,94
0,17	−24	0,97	0,97	0,96	0,96	0,95	0,95	0,94	0,94	0,94
0,19	−22	0,96	0,96	0,95	0,95	0,95	0,94	0,94	0,93	0,93
0,19	−20	0,96	0,95	0,95	0,94	0,94	0,94	0,93	0,93	0,92
0,21	−18	0,95	0,95	0,94	0,94	0,93	0,93	0,93	0,92	0,92
0,23	−16	0,94	0,94	0,94	0,93	0,92	0,92	0,92	0,91	0,91
0,26	−14	0,94	0,93	0,93	0,92	0,92	0,92	0,91	0,91	0,90
0,29	−12	0,93	0,93	0,92	0,92	0,91	0,91	0,91	0,90	0,90
0,30	−10	0,92	0,92	0,92	0,91	0,91	0,90	0,90	0,89	0,89
0,32	−8	0,92	0,91	0,91	0,90	0,90	0,90	0,89	0,89	0,88
0,35	−6	0,91	0,91	0,90	0,90	0,89	0,89	0,89	0,88	0,88
0,39	−4	0,90	0,90	0,90	0,89	0,89	0,89	0,88	0,87	0,87
0,42	−2	0,90	0,89	0,89	0,88	0,88	0,88	0,87	0,87	0,87
0,44	0	0,89	0,89	0,88	0,88	0,88	0,87	0,87	0,86	0,86
0,46	+2	0,88	0,88	0,87	0,87	0,87	0,87	0,86	0,86	0,85
0,51	+4	0,88	0,87	0,87	0,86	0,86	0,86	0,85	0,85	0,85
0,55	+6	0,87	0,87	0,86	0,86	0,86	0,86	0,85	0,84	0,84
0,59	+8	0,86	0,86	0,86	0,85	0,85	0,85	0,84	0,84	0,83
0,63	+10	0,86	0,85	0,85	0,84	0,84	0,84	0,83	0,83	0,83
0,67	+12	0,85	0,85	0,84	0,84	0,83	0,83	0,83	0,82	0,82
0,72	+14	0,84	0,84	0,84	0,83	0,83	0,83	0,83	0,82	0,82
0,77	+16	0,84	0,83	0,81	0,82	0,82	0,82	0,81	0,81	0,81
0,82	+18	0,83	0,83	0,82	0,82	0,81	0,81	0,81	0,80	0,80
0,87	+20	0,82	0,82	0,81	0,81	0,81	0,80	0,80	0,80	0,79
0,93	+22	0,81	0,81	0,81	0,80	0,80	0,80	0,79	0,79	0,79
0,99	+24	0,81	0,81	0,80	0,80	0,79	0,79	0,79	0,78	0,78

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.11.89 № 3314**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части п. 4.4, приложения 1**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6386—88 и международному стандарту ИСО 4276—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	1.2
ГОСТ 1770—74	1.2
ГОСТ 2768—84	1.2
ГОСТ 4204—77	1.2
ГОСТ 4919.1—77	1.2
ГОСТ 5496—78	1.2
ГОСТ 6221—90	1.1, 1.2, 1.3, 2.1
ГОСТ 6709—72	1.2
ГОСТ 7328—82	1.2
ГОСТ 8050—85	1.2
ГОСТ 9147—80	1.2
ГОСТ 9932—75	1.2
ГОСТ 12162—77	1.2
ГОСТ 18300—87	1.2
ГОСТ 24104—88	1.2
ГОСТ 25336—82	1.2
ГОСТ 25794.1—83	1.2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru