ГОСТ 30181.5—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АМИДНОГО АЗОТА В СЛОЖНЫХ УДОБРЕНИЯХ (СПЕКТРОФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД)

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 7 июня 1996 г. № 359 межгосударственный стандарт ГОСТ 30181.5—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 5

© 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 массовой доли амидного азота в сложных удобрениях (спектрофотоколориметрический метод)

Mineral fertilizers
Method for determination of mass fraction of amide nitrogen in compound fertilizers (spectrophotocolorimetric method)

Дата введения 1997—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотоколориметрический метод определения массовой доли азота в амидной форме в сложных удобрениях. Метод не может быть использован для удобрений, содержащих компоненты (кроме амидного азота), образующие окрашенные в желтый цвет соединения с п-диметиламинобензальдегидом. Диапазон определения массовых долей азота — 20—46 %

Продолжительность анализа — 40 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ±5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовой доли азота 21 %).

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 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

Издание официальное

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

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на фотометрировании растворов, содержащих комплекс амидного азота с п-диметиламинобензальдегидом.

4 РЕАКТИВЫ

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., и раствор с массовой долей 20%.
Карбамид по ГОСТ 6691, ч.д.а.
п-Диметиламинобензальдегид, ч.д.а. по НД.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5 АППАРАТУРА

Спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 420 нм, или фотоэлектроколориметр (светофильтр с максимумом пропускания при длине волны 400 или 440 нм), кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

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.
Секундомер любого типа.
Термометр 2-Б2 по НД.
Колбы 2—100—2; 2—250—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770.
Цилиндры 1(3)—50; 1—250 по ГОСТ 1770.
Пипетки вместимостью 5,10,20 $см^3$.
Бюретки вместимостью 10 и 50 $см^3$.
Воронка В-75—110 ТХС по ГОСТ 25336.
Стаканчик СН 34/12 по ГОСТ 25336.
Промывалка любого исполнения.
Шпатель 2(3) или ложка 2(3) по ГОСТ 9147.
Шкаф сушильный электрический круглый 2В-151 по НД или другого типа с диапазоном регулирования температуры от 40 до 200°С.
Эксикатор 2—140 по ГОСТ 25336.
Фильтры обеззоленные («синяя лента»).
Механический истиратель или ступка.

6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

6.1 Приготовление раствора п-диметиламинобензальдегида

Навеску п-диметиламинобензальдегида массой 4 г (результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, прибавляют 40 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают и оставляют на три дня, после чего фильтруют. Раствор устойчив в течение месяца.

6.2 Приготовление основного раствора карбамида (мочевины)

Основной раствор карбамида с массовой концентрацией 8 $мг/см^3$ готовят следующим образом: навеску карбамида (предварительно высушенного при температуре 65°С в течение 3 ч и охлажденного в эксикаторе в течение 40—60 мин) массой 8 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в 300 $см^3$ дистиллированной воды, затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

6.3 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят бюреткой 20, 25, 30, 35 и 40 $см^3$ основного раствора, затем прибавляют по 10 $см^3$ раствора п-диметиламинобензальдегида и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ раствор сравнения, содержащий 10 $см^3$ раствора п-диметиламинобензальдегида и не содержащий карбамида.

Объем раствора в каждой колбе доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и через 15 мин измеряют оптические плотности градуировочных растворов относительно раствора сравнения на спектрофотометре при длине волны 420 нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром с максимумом пропускания при длине волны 400—440 нм, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу карбамида в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие значения оптических плотностей.

Градуировочный график рекомендуется проверять ежедневно.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску удобрения массой 3,5 — 10 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 150—200 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 20 % и тщательно перемешивают в течение 10—14 мин. Затем объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, вновь перемешивают и фильтруют в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

20 см^3 полученного раствора переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 10 см^3 раствора п-диметиламинобензальдегида, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора по отношению к раствору сравнения, как указано в 6.3.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу карбамида в колориметрируемом растворе.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю амидного азота X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot \frac{V}{V_1} \cdot \frac{100}{1000} \cdot 0{,}4665, \qquad (1)$$

где m_1 — масса карбамида, найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы, используемой для приготовления раствора удобрения, см^3;

m — масса навески удобрения, г;

V_1 — объем раствора удобрения, отобранный для приготовления колориметрируемого раствора, см^3;

0,4665 — коэффициент пересчета карбамида на амидный азот.

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 42,0 — 46,0 %).

УДК 631.82:546.17.06:006.354 ОКС 71.040 40 Л19 ОКСТУ 2109

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

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

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.10.96. Подписано в печать 10.12.96.
Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 214 экз. С4054. Зак. 604.

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