МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Определение массовой доли воды методом Фишера

ГОСТ 28326.2—89

(ИСО 7105—85)

Technical liquid ammonia.
Determination of water mass percentage by Fischer method

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли воды по Фишеру в жидком техническом аммиаке марки А в интервале массовых долей от 0,05 % до 0,14 % и в продукте марок Ак и Б для массовой доли воды менее 0,2 % при разногласиях в ее оценке.

Метод основан на взаимодействии йода с оксидом серы (IV) и водой в среде метанола и пиридина в процессе титрования испытуемой пробы реактивом Фишера. Точку эквивалентности определяют электрометрически по возникновению тока между двумя платиновыми электродами с появлением в растворе свободного йода.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

В пробирку с этиленгликолем помещают пробу аммиака, доводя объем до метки, соответствующей 100 $см^3$.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пробирка пробоотборная по ГОСТ 6221.

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**.

Секундомер СОПпр-3б—1—000.

Установка электрометрического титрования по ГОСТ 14870 или любой другой прибор, обеспечивающий измерение с той же суммарной погрешностью.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—2; 2—2—10; 2—2—20 по НТД.

Цилиндр 2—100 по ГОСТ 1770.

Капельница 3—7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Бюкса из тефлона ($d = 8$ мм, $H = 20$ мм).

Склянка из темного стекла вместимостью 2 $дм^3$.

Микрошприц МШ-10.

Шкаф электрический сушильный типа 2В-151 или любого другого типа с диапазоном регулирования температуры от 40 °С до 200 °С.

Реактив Фишера (растворы № 1 и 2).

Метанол-яд по ГОСТ 6995, х.ч., или по ГОСТ 2222.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164, х.ч.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

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

gost.e-ecolog.ru

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., ледяная, с массовой долей воды не более 0,2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь метанола с уксусной кислотой в объемном соотношении 9:1, готовят непосредственно перед анализом.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление рабочих растворов реактива Фишера

Реактив Фишера выпускают в виде двух растворов: раствора № 1 (раствор оксида серы (IV) в пиридине) и раствора № 2 (раствор йода в метаноле).

При смешивании этих растворов в соотношении 1:2,17 и при соответствующем разбавлении при необходимости этой смеси метанолом (в зависимости от массовой доли воды в жидком аммиаке) получают рабочий раствор реактива Фишера.

При отсутствии реактива Фишера его рабочий раствор можно приготовить по ГОСТ 14870.

Рабочий раствор реактива Фишера готовят в темной герметически закрывающейся посуде. Приготовленный рабочий раствор пригоден для анализа через 24 ч после его приготовления. К применению пригоден реактив, имеющий титр не менее 2 мг/см^3.

3.2. Установка титра рабочего раствора реактива Фишера

В реакционную колбу через боковой тубус вносят метанол и проводят титрование электрометрически по ГОСТ 14870.

В предварительно взвешенную тефлоновую бюксу с крышкой вносят из капельницы одну каплю дистиллированной воды (20—30 мг) и снова взвешивают. Массу навески воды вычисляют по разности результатов двух взвешиваний. Затем через боковой тубус в колбу вносят тефлоновую бюксу с навеской воды, предварительно быстро сняв с нее крышку.

Воду в реакционную колбу можно вносить также с помощью микрошприца. В микрошприц набирают 10 мкл воды, взвешивают микрошприц с водой, затем через боковой тубус вносят воду в реакционную колбу и вновь взвешивают микрошприц (результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Включают мешалку и содержимое колбы перемешивают в течение 2 мин, затем титруют раствор так же, как и при проведении фортирования метанола. Титр рабочего раствора реактива Фишера (T) в миллиграммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески воды, мг;

V — объем рабочего раствора реактива Фишера, израсходованный на титрование навески воды, см^3.

Титр рабочего раствора реактива Фишера вычисляют из результатов 2—3 параллельных определений.

3.3. Подготовка анализируемого раствора

После испарения жидкого аммиака растворившийся в этиленгликоле аммиак нейтрализуют раствором уксусной кислоты в метаноле (аммиак мешает определению воды при титровании рабочим раствором реактива Фишера), для чего промывают пробирку 10 см^3 смеси метанола с уксусной кислотой. Затем содержимое пробоотборной пробирки переводят количественно несколькими порциями смеси метанола с уксусной кислотой в мерную колбу вместимостью 25—50 см^3, доводят объем той же смесью до метки и перемешивают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5—20 см^3 приготовленного в соответствии с п. 3.3 раствора отбирают пипеткой и переносят в колбу для титрования, в которой находится оттитрованная порция метанола. Титрование проводят как при установке титра рабочего раствора реактива Фишера.

Для контрольного определения в пробоотборную пробирку, высушенную в тех же условиях, что и пробирка, используемая для отбора пробы, вводят 2 см^3 этиленгликоля и далее выполняют все операции, что и при анализе раствора после испарения аммиака.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot T \cdot V_2 \cdot K \cdot 100}{(V_3 - V_4) \cdot 0{,}682 \cdot V_5 \cdot 1000},$$

где V_1 — объем рабочего раствора реактива Фишера, израсходованный на титрование рабочей пробы, см^3;

V_0 — объем рабочего раствора реактива Фишера, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;

T — титр реактива Фишера по воде, мг/см^3;

V_2 — объем мерной колбы, используемой для приготовления анализируемого раствора, см^3;

K — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

V_3 — суммарный объем жидкого аммиака и этиленгликоля, см^3;

V_4 — объем этиленгликоля, см^3;

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

V_5 — объем анализируемого раствора, отобранный в колбу для титрования, см^3.

После преобразования формула примет вид

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot T \cdot V_2 \cdot K}{6{,}82\,(V_3 - V_4) \cdot V_5}.$$

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 0,08 %).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Реактив Фишера содержит токсичные вещества — пиридин и метанол. Пиридин — легковоспламеняющаяся жидкость с резким неприятным запахом, обладающая раздражающим, общеядовитым действием. Предельно допустимая концентрация паров пиридина в воздухе производственных помещений — 5 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005. При загорании пиридин тушат с помощью углекислотного огнетушителя.

Метанол-яд может приникать в организм через кожу. Пары метанола раздражают слизистую оболочку глаз, вызывают заболевание верхних дыхательных путей. Предельно допустимая концентрация паров метанола в воздухе производственных помещений — 5 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005.

Работу с жидким аммиаком проводят только внутри хорошо вентилируемого вытяжного шкафа.

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 № 3315**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части п. 4.5**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6381—88 и международному стандарту ИСО 7105—85**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	6
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 2222—95	2
ГОСТ 6221—90	1
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 6995—77	2
ГОСТ 7328—82	2
ГОСТ 10164—75	2
ГОСТ 14870—77	2, 3.1, 3.2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 28326.1—89	5

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