ГОСТ 30181.7—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОТА В СЛОЖНЫХ УДОБРЕНИЯХ (В АММОНИЙНОЙ И АМИДНОЙ ФОРМАХ ГИПОХЛОРИТНЫМ МЕТОДОМ)

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. № 361 межгосударственный стандарт ГОСТ 30181.7—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 7

© 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 в сложных удобрениях (в аммонийной и амидной формах гипохлоритным методом)

Mineral fertilizers
Method for determination of total mass fraction of nitrogen in compound fertilizers (in ammonium and amide forms, using hypochlorite method)

Дата введения 1997—07—01

## 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает гипохлоритный метод определения суммарной массовой доли азота, содержащегося в аммонийной и амидной формах в сложных удобрениях. Диапазон определения массовых долей азота — 19—47 %.

Продолжительность анализа — 30 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — +2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовой доли азота 22 %).

## 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 4160—74 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

## 3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на окислении аммонийного и амидного азота до элементарного азота гипохлоритом кальция в присутствии бромистого калия в среде оксида углерода (IV)

$$2NH_4^+ + 3ClO^- \rightarrow N_2 + 3Cl^- + 2H^+ + 3H_2O$$

$$(NH_2)_2CO + 3ClO^- \rightarrow CO_2 + N_2 + 2H_2O + 3Cl^-$$

с последующим определением избытка гипохлорита кальция йодометрическим методом

$$ClO^- + 2J^- + 2H^+ \rightarrow Cl^- + J_2 + H_2O$$

$$J_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2J^- + S_4O_6^{2-}.$$

## 4 РЕАКТИВЫ

Известь хлорная по НД.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, х.ч., раствор с массовой долей 8 %.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч., свежеприготовленный раствор с массовой долей 16 %.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201, х.ч., раствор с массовой долей 8%.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч.д.а., раствор молярной концентрации $c$ ($Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$) = 0,1 моль/дм$^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., разбавленная в объемном соотношении 1:6.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., разбавленная в объемном соотношении 1:2.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор молярной концентрации $c$ (NaOH) = 0,2 моль/дм$^3$.

Метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,1%, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, водный раствор с массовой долей 0,5%, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

## 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.

Секундомер любого типа.

Колбы 2—250—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—5; 1—500 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 25 см$^3$.

Пипетки вместимостью 5 и 25 см$^3$.

Капельница 3—7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Промывалка любого исполнения.

Колба Кн-2—250 с любым конусом ТХС по ГОСТ 25336.

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 бумажные обеззоленные («красная лента») по НД диаметр от 9 до 15 см.

## 6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

6.1 Приготовление раствора гипохлорита кальция

Навеску гипохлорита кальция массой 13 г (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, прибавляют 500 см$^3$ дистиллированной воды и встряхивают для растворения реактива. Затем объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр. Раствор гипохлорита кальция хранят в темной склянке.

6.2 Определение коэффициента поправки для молярной концентрации раствора серноватистокислого натрия

Действительную молярную концентрацию раствора серноватистокислого натрия определяют по точной навеске, используя в качестве установочного вещества двухромовокислый калий, дважды перекристаллизованный, свежепросушенный до постоянной массы при температуре 150°С и охлажденный в эксикаторе до температуры окружающего воздуха. Навеску двухромовокислого калия массой 0,1 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, растворяют в 10 см$^3$ дистиллированной воды и после растворения, непосредственно перед титрованием, добавляют 5 см$^3$ раствора йодистого калия с массовой долей 16%. Затем добавляют 10 см$^3$ раствора серной кислоты, закрывают колбу часовым стеклом и выдерживают в течение 10 мин в темном месте.

К раствору с выделившимся йодом добавляют 100—150 см$^3$ дистиллированной воды и титруют раствором серноватистокислого натрия до желто-зеленой окраски раствора. Затем добавляют 2—3 см$^3$ раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

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

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

где $m_0$ — масса навески установочного вещества, г;

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

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

Коэффициент поправки $K$ вычисляют по формуле

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

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

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

## 7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску удобрения массой 1—2,5 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, прибавляют 10 см$^3$ раствора соляной кислоты, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

5 см$^3$ полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия в присутствии 2—3 капель метилового оранжевого до перехода окраски раствора в желтую, прибавляют 5 см$^3$ раствора двууглекислого натрия, 5 см$^3$ раствора бромистого калия и, перемешивая содержимое колбы, добавляют пипеткой 25 см$^3$ раствора гипохлорита кальция. Колбу закрывают пробкой и оставляют стоять на 5—7 мин. Затем прибавляют 5 см$^3$ раствора йодистого калия, перемешивают и прибавляют 10 см$^3$ раствора серной кислоты. Колбу закрывают пробкой и выдерживают анализируемый раствор в течение 10 мин в темном месте. Выделившийся йод титруют раствором серноватистокислого натрия до светло-желтой («соломенной») окраски раствора. Затем прибавляют 2 см$^3$ раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски. Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта.

## 8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Суммарную массовую долю аммонийного и амидного азота $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1)\ K\ 4{,}67\ 0{,}1\ 250\ 100}{m\ V_2\ 1000}, \qquad (3)$$

где $V$ — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование при проведении контрольного опыта, см$^3$;

$V_1$ — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

$K$ — коэффициент поправки для молярной концентрации раствора серноватистокислого натрия;

4,67 — молярная масса эквивалента азота, г/моль;

0,1 — номинальная молярная концентрация раствора серноватистокислого натрия, моль/$дм^3$;

$m$ — масса навески, г;

$V_2$ — объем раствора пробы, взятый для анализа, $см^3$

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовых долей азота 19,5 — 23,5 %)

УДК 631.82:546.17.06:006.354 ОКС 71.040.40 Л 19 ОКСТ 2109

Ключевые слова: удобрения минеральные, химический анализ, азот, гипохлоритный метод

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *А С Черноусова*
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 0,41 Тираж 220 экз С4056 Зак 603

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