ГОСТ 30181.6—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОТА В СОЛЯХ АММОНИЯ (В АММОНИЙНОЙ ФОРМЕ ФОРМАЛЬДЕГИДНЫМ 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. № 360 межгосударственный стандарт ГОСТ 30181.6—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 6

© 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 азота в солях аммония (в аммонийной форме формальдегидным методом)

Mineral fertilizers.
Method for determination of mass fraction of nitrogen in ammonium salts (in ammonium form, using formaldehyde method)

Дата введения 1997—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения массовой доли азота, содержащегося в аммонийной форме в солях аммония (кроме фосфорных). Диапазон определения массовых долей азота — 20 — 35 %.

Продолжительность анализа — 20 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ±0,8 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовых долей азота 14,0 — 21,5 %).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

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

ГОСТ 4238—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

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 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. Типы, основные параметры и размеры

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на взаимодействии аммонийного азота с формальдегидом с образованием кислоты и гексаметилентетрамина

$$4NH_4^+ + 6HCHO \rightarrow (CH_2)_6N_4 + 4H^+ + 6H_2O$$

и последующем оттитровывании выделившейся кислоты раствором гидроокиси натрия.

4 РЕАКТИВЫ

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., растворы молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 или 0,25 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), приготовленный по ГОСТ 4919.1, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

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 зеленый или метиловый красный и метиленовый голубой), готовят по ГОСТ 4919.1, 3.2.

Формалин технический по ГОСТ 1625, раствор с массовой долей 25 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные («синяя лента») по НД.

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.

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Бюретки вместимостью 10, 25, 50 $см^3$.

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

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 по ГОСТ 25336.

Капельница 3—7/11 ТХС по ГОСТ 25336.

Промывалка любого исполнения.

Встряхиватель механический, ротационный или реверсивный.

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

6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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/$дм^3$ 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 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ 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.

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

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

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

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

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) = 0,25 моль/дм^3, увеличив навеску установочного вещества в 2,5 раза.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску удобрения массой 3—5 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают $^2/_3$ вместимости колбы дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой и перемешивают (в зависимости от растворимости удобрения) вручную или на механическом встряхивателе в течение 5—30 мин. Затем объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и при необходимости фильтруют через фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата. 25 см^3 полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 3—5 капель раствора смешанного индикатора и при получении розово-фиолетового окрашивания раствора (кислые растворы удобрений) нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 до зеленого окрашивания.

Затем в колбу приливают 25 см^3 раствора формалина, предварительно нейтрализованного раствором гидроокиси натрия c (NaOH)= = 0,1 моль/дм^3 в присутствии фенолфталеина, и через 1 мин титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = =0,1 или 0,25 моль/дм^3 в присутствии фенолфталеина до перехода розово-фиолетовой окраски через зеленую в слабо-фиолетовую, устойчивую в течение 1 мин.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю аммонийного азота X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot C \cdot 14 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot 1000}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, $см^3$;

K — коэффициент поправки для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия;

C — заданная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, равная 0,1 или 0,25 $моль/дм^3$;

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 0,3 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовых долей азота 14,0 — 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 *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 219 экз. С4060. Зак. 611

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