ГОСТ 30181.8—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АММОНИЙНОГО АЗОТА В СЛОЖНЫХ УДОБРЕНИЯХ (ХЛОРАМИНОВЫЙ 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. № 362 межгосударственный стандарт ГОСТ 30181.8—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 8

© 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 аммонийного азота в сложных удобрениях (хлораминовый метод)

Mineral fertilizers.
Method for determination of mass fraction of ammonium nitrogen in compound fertilizers (chloramine method)

Дата введения 1997—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает хлораминовый метод определения массовой доли азота, содержащегося в аммонийной форме в сложных удобрениях.

Диапазон определения массовых долей азота — 1,5 — 20 %.

Продолжительность анализа — 40 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ±2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовой доли азота 12 %)

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 4172—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

Издание официальное

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 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие 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 азота до элементарного хлорамином в присутствии бромистого калия в фосфатном буферном растворе с pH 6,7 с последующим определением избытка хлорамина йодометрическим методом.

4 РЕАКТИВЫ

Хлорамин Б технический, раствор с массовой долей 8,5 %; отфильтрованный раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой.

Калий бромистый по ГОСТ 4160, х.ч.

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

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч.д.а., раствор молярной концентрации c ($NaS_2O_3 \cdot 5H_2O$)= = 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) = 1 моль/дм^3.

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

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, х.ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, водный раствор с массовой долей 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—100—2; 2—250—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—10; 1(3)—25; 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 см^3.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Промывалка любого типа.

Капельница 3—7/11 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

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

Фильтры бумажные обеззоленные ("красная лента") по НД, диаметр от 9 до 15 см.

6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

6.1 Приготовление фосфатного буферного раствора (pH = 6,7) с добавкой бромистого калия

Навески однозамещенного фосфорнокислого калия массой 30 г, двузамещенного фосфорнокислого натрия массой 60 г и бромистого калия массой 100 г (результат взвешивания записывают с точностью

до первого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и растворяют в дистиллированной воде. Затем объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют в темную склянку с притертой пробкой.

6.2 Приготовление щелочного раствора йодистого калия

Навеску йодистого калия массой 20 г (результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 0,5 см^3 раствора гидроокиси натрия, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в темной склянке.

6.3 Определение коэффициента поправки K 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 бихромата 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 прибавляют 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 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в стакан, прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты, кипятят в течение 5 мин, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

5, 10 или 20 см^3 полученного раствора, содержащего от 1 до 5 мг азота, переносят пипеткой в коническую колбу, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия в присутствии 1—2 капель метилового оранжевого до перехода окраски в желтый цвет, прибавляют 10 см^3 буферного раствора, перемешивают и по стенкам колбы пипеткой приливают 5 см^3 раствора хлорамина. Колбу закрывают пробкой, перемешивают и оставляют стоять на 15 мин. Затем прибавляют 3 см^3 раствора йодистого калия, 10 см^3 раствора серной кислоты, снова закрывают колбу пробкой, оставляют анализируемый раствор в темном месте на 5 мин и титруют раствором тиосульфата натрия выделившийся йод до светло-желтой ("соломенной") окраски раствора, после чего прибавляют 0,5 см^3 раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски. Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях, с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта, соблюдая указанную выше последовательность прибавления всех реактивов.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю аммонийного азота X, %, вычисляют по формуле

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

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 10,0 — 13,0 %).

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

Ключевые слова: удобрения минеральные, химический анализ, азот, хлораминовый 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. 0,43. Тираж 221 экз. С4053 Зак. 602.

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