МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33831— 2016

СЕЛИТРА АММИАЧНАЯ И УДОБРЕНИЯ НА ЕЕ ОСНОВЕ

Метод определения массовой доли хлоридов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 сентября 2016 г. № 1181–ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33831—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2017 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе метода, изложенного в регламенте Европейского союза (ЕС) N2003/2003 об удобрениях (раздел 3 приложения III, метод 6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Отбор и подготовка проб 2
5 Реактивы и оборудование 2
6 Подготовка к проведению испытаний 2
7 Проведение испытаний 4
8 Обработка результатов 4
9 Протокол испытаний 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛИТРА АММИАЧНАЯ И УДОБРЕНИЯ НА ЕЕ ОСНОВЕ

Метод определения массовой доли хлоридов

Ammonium nitrate and fertilizers on its base. Method for determination of chlorides mass fraction

Дата введения — 2017—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли хлоридов в аммиачной селитре и удобрениях на ее основе (далее — удобрения) потенциометрическим титрованием в диапазоне измерения от 0,001 % до 0,1 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 2—2013 Селитра аммиачная. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля*

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 21560.0—82 Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования**

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

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

3 Сущность метода

Метод основан на определении содержания хлоридов потенциометрическим титрованием нитратом серебра в кислой среде.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб для испытаний — по ГОСТ 21560.0 с дополнениями для аммиачной селитры по ГОСТ 2.

Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025

5 Реактивы и оборудование

5.1 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование

Стаканы низкие Н-1-250 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.

Шкаф сушильный с терморегулятором, поддерживающий температуру с погрешностью до ±1 °С.

Весы лабораторные высокого класса точности (II) с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Потенциометр с серебряным индикаторным электродом и каломельным электродом сравнения чувствительностью 2 мВ, диапазоном от минус 500 до плюс 500 мВ.

Солевой мостик, состоящий из насыщенного раствора нитрата калия, связанный с каломельным электродом с пористыми пробками на конце.

Магнитная мешалка с якорем, покрытым тефлоном.

Микробюретка градуированная с ценой деления 0,01 $см^3$.

5.2 Реактивы

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч.д.а.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.д.а.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, ч.д.а., растворы молярной концентрации c (KCl) = 0,1 моль/$дм^3$ и 0,004 моль/$дм^3$.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.д.а., растворы молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ и 0,004 моль/$дм^3$.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Раствор нитрата серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/$дм^3$

Взвешивают (8,4937 ± 0,0001) г азотнокислого серебра, растворяют в небольшом количестве воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Примечание — Раствор хранят в бутыли из затемненного стекла. Срок хранения — не более 3 недель.

6.1.2 Раствор нитрата серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,004 моль/$дм^3$

Отбирают пипеткой 20 $см^3$ раствора нитрата серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Примечание — Раствор готовят непосредственно перед использованием.

6.1.3 Раствор хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,1 моль/$дм^3$

Взвешивают (3,7276 ± 0,0001) г хлористого калия, предварительно высушенного в сушильном шкафу в течение часа при температуре 130 °С и охлажденный в эксикаторе до комнатной температуры. Навеску растворяют в небольшом количестве воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

6.1.4 Раствор хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,004 моль/дм^3

Отбирают пипеткой 20 см^3 раствора хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,1 моль/дм^3 в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Примечание — Раствор готовят непосредственно перед использованием.

6.2 Определение точной молярной концентрации раствора нитрата серебра молярных концентраций c ($AgNO_3$) = 0,004 моль/дм^3 и c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3

6.2.1 В два низких стакана вместимостью 250 см^3 каждый помещают 5,0 и 10,0 см^3 раствора хлорида калия молярных концентраций c (KCl)=0,004 моль/дм^3 и c (KCl)=0,1 моль/дм^3. В каждый стакан добавляют 5 см^3 азотной кислоты, 120 см^3 ацетона и доводят водой до 150 см^3. В стаканы поочередно помещают якорь магнитной мешалки, погружают серебряный электрод потенциометра, свободный конец мостика, приводят мешалку в движение и отмечают значение начального потенциала.

Добавляют в приготовленные растворы соответственно 4 и 9 см^3 раствора нитрата серебра молярных концентраций c ($AgNO_3$) = 0,004 моль/дм^3 и c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 и титруют приготовленные растворы при помощи микробюретки порциями по 0,1 см^3 для раствора молярной концентрации 0,004 моль/дм^3 и по 0,05 см^3 — для раствора молярной концентрации 0,1 моль/дм^3. После каждого прибавления ждут стабилизации потенциала.

6.2.2 Для удобства ведения записи результатов испытаний используют форму, приведенную в таблице 1.

Таблица 1 — Пример записи результатов титрования

Объем раствора нитрата серебра V, см^3	Потенциал E, мВ	$\Delta_1 E$, мВ	$\Delta_2 E$, мВ
4,80	176		
4,90	211	35	+ 37
5,00	283	72	– 49
5,10	306	23	– 10
5,20	319	13	–
$V_{eq} = 4{,}9 + 0{,}1\frac{37}{37+49} = 4{,}943.$			

В первые две графы таблицы записывают добавляемые объемы раствора нитрата серебра и соответствующие им значения потенциалов. В третьей графе записывают последовательные приращения потенциала $\Delta_1 E$. В четвертой графе записывают положительную или отрицательную разницу между последовательными приращениями потенциалов. Конец титрования соответствует добавлению порции раствора 0,1 или 0,05 см^3 V_1 нитрата серебра, который дает максимальное значение приращения потенциала $\Delta_1 E$.

6.2.3 Точный объем раствора нитрата серебра V_{eq}, см^3, соответствующий окончанию титрования, вычисляют по формуле

$$V_{eq} = V_0 + (V_1 \frac{b}{B}), \quad (1)$$

где V_0 — объем нитрата серебра, который дает последнее максимальное значение приращения потенциала $\Delta_1 E$, см^3;

V_1 — объем последней порции прибавленного раствора нитрата серебра, см^3;

b — последнее положительное значение приращения потенциала $\Delta_2 E$, мВ;

B — сумма абсолютных значений последнего положительного значения и первого отрицательного значения приращения потенциала $\Delta_2 E$, мВ (см. пример в таблице 1).

6.2.4 Молярную концентрацию раствора нитрата серебра C, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = C_0 \frac{5}{V_2 - V_3}, \quad (2)$$

где C_0 — молярная концентрация раствора хлорида калия, моль/дм^3;

5 — разность между двумя исходными объемами раствора хлорида калия, см^3;

V_2 — точный объем раствора нитрата серебра, соответствующий титрованию 10 см^3 используемого раствора хлористого калия, см^3;

V_3 — точный объем раствора нитрата серебра, соответствующий титрованию 5 см^3 используемого раствора хлористого калия, см^3.

6.3 Холостой опыт

Проводят холостой опыт и сравнивают полученное значение со значением холостого опыта V_4, см^3, рассчитанным по формуле:

$$V_4 = 2V_3 - V_2, \quad (3)$$

где V_3 — точный объем раствора нитрата серебра, соответствующий титрованию 5 см^3 используемого раствора хлористого калия, см^3;

V_2 — точный объем раствора нитрата серебра, соответствующий титрованию 10 см^3 используемого раствора хлористого калия, см^3.

Примечание — Холостой опыт может служить в качестве контроля того, что оборудование работает удовлетворительно и что методика испытаний выполнена правильно.

7 Проведение испытаний

7.1 Пробу удобрения массой от 10 до 20 г взвешивают с погрешностью ± 0,01 г и количественно переносят взвешенную пробу в стакан вместимостью 250 см^3. Прибавляют 20 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 азотной кислоты, 120 см^3 ацетона и доводят водой до объема 150 см^3.

7.2 Помещают в стакан якорь магнитной мешалки и начинают размешивать раствор. Погружают серебряный электрод и свободный конец мостика в раствор, подсоединяют электроды к потенциометру и после установки потенциометра на ноль записывают значение начального потенциала.

7.3 Титруют раствором нитрата серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,004 моль/дм^3 путем прибавления из микробюретки порциями по 0,1 см^3. После каждого прибавления ждут стабилизации потенциала. Продолжают титрование, как указано в 6.2.2.

Объем раствора нитрата серебра V_{eq}, полученный по формуле (1), обозначают как V_5.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю хлоридов X_{Cl^-}, %, рассчитывают по формуле

$$X_{Cl^-} = \frac{0{,}3545\,C(V_5 - V_4)100}{m}, \quad (4)$$

где 0,3545 — масса хлоридов, соответствующая 1 см^3 раствора нитрата серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3, г;

C — концентрация используемого раствора нитрата серебра, моль/дм^3 [вычисляют по формуле (2)];

V_5 — объем раствора нитрата серебра, соответствующий окончанию реакции [вычисляют по формуле 1)], см^3;

V_4 — результат холостого испытания, см^3;

m — масса пробы, г.

8.2 За результат определения массовой доли хлоридов принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- результаты проведенных испытаний;
- дату отбора проб и процедуру отбора проб (если известны);
- дату проведения анализа;
- все детали проводимых испытаний, не описанные в настоящем стандарте или предлагаемые дополнительно, а также детали любых происшествий во время проведения анализа, которые могут повлиять на результаты испытаний.

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080

Ключевые слова: аммиачная селитра, удобрения на основе нитрата аммония, метод определения, массовая доля, хлориды

Редактор *И. А. Косоруков*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *М. В. Бучная*
Компьютерная верстка *А. С. Тыртышного*

Сдано в набор 27.09.2016. Подписано в печать 29.09.2016. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 31 экз. Зак. 2356.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru