МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33813—
2016**

СЕЛИТРА АММИАЧНАЯ И УДОБРЕНИЯ НА ЕЕ ОСНОВЕ

Метод определения содержания меди

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. Порядок 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

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. № 1183-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33813—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 7)

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 Градуировка прибора и проведение испытаний 3
8 Обработка результатов 3
9 Протокол испытаний 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛИТРА АММИАЧНАЯ И УДОБРЕНИЯ НА ЕЕ ОСНОВЕ

Метод определения содержания меди

Ammonium nitrate and fertilizers on its base.
Method for determination of copper content

Дата введения — 2017—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания меди в аммиачной селитре и удобрениях на ее основе (далее — удобрениях).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты.

ГОСТ 2—2013 Селитра аммиачная. Технические условия

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

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

ГОСТ 22867—77 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

Образец растворяют в разбавленной соляной кислоте и определяют содержание меди методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб для анализа — 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

Колбы мерные 2-100 (1000)-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы высокие В-1-400 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-2-15(5) по ГОСТ 29169.

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

Водяная баня.

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, работающий с длиной волны 324,6 нм (лампа с медным катодом).

Ацетилен (баллон).

Компрессор или баллон для воздуха.

Фильтр обеззоленный «белая лента» или бумага ватман № 541.

5.2 Реактивы

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.

Раствор соляной кислоты, молярной концентрации c (HCl) = 6 моль/дм^3.

Раствор соляной кислоты, молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3.

Аммоний азотнокислый, ч. д. а., по ГОСТ 22867.

Водорода пероксид, х. ч., по ГОСТ 10929.

Медь по ГОСТ 859, растворы массовой концентрации 1 и 10 мг/дм^3.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Раствор меди массовой концентрации 1 г/дм^3

Взвешивают (1 ± 0,001) г меди, растворяют в 25 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 6 моль/ дм^3, добавляют 5 см^3 пероксида водорода и разбавляют дистиллированной по ГОСТ 6709 водой для лабораторного анализа до 1 дм^3.

6.1.2 Раствор меди массовой концентрацией 10 мг/дм^3

Разбавляют 10 см^3 раствора меди массовой концентрации 1 г/дм^3 до 100 см^3 водой для лабораторного анализа и затем разбавляют 10 см^3 полученного раствора до 100 см^3 водой для лабораторного анализа.

Примечания

1 В качестве растворов меди можно использовать разрешенные к использованию растворы ГСО состава раствора меди соответствующей концентрации.

2 Растворы меди готовят непосредственно перед проведением анализа.

6.1.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 6 моль/дм^3

45 см^3 соляной кислоты (ρ = 1,19 г/см^3) разбавляют до 1 дм^3 дистиллированной водой для лабораторного анализа.

6.1.4 Приготовление раствора для анализа

Взвешивают (25 ± 0,001) г анализируемой пробы удобрения, помещают в стакан вместимостью 400 см^3, осторожно добавляют 20 см^3 соляной кислоты (ρ = 1,19 г/см^3). При добавлении соляной кислоты может происходить бурная реакция из-за образования диоксида углерода.

После прекращения реакции упаривают раствор досуха на водяной бане, перемешивая стеклянной палочкой. Добавляют 15 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 6 моль/дм^3 и 120 см^3 дистиллированной воды. Перемешивают стеклянной палочкой, не вынимая ее из стакана, и накрывают стакан часовым стеклом. Осторожно нагревают и кипятят раствор до полного растворения. Охлаждают раствор.

Количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3, промывая стакан 5 см^3 соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 6 моль/дм^3 и дважды 5 см^3 кипяченой водой для лабораторного анализа, доводят объем до метки раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 и осторожно перемешивают.

Фильтруют раствор через фильтр из бумаги ватман № 541 или аналогичную фильтровальную бумагу, не содержащую медь, отбрасывая первые 50 см^3.

Примечание — При необходимости разбавляют раствор пробы и холостой раствор раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 до концентрации меди, которая находится в диапазоне определяемых концентраций используемого спектрофотометра. Как правило, не требуется никакого разбавления.

6.1.5 Приготовление холостого раствора

Готовят холостой раствор в соответствии с 6.1.4, не добавляя испытуемый образец и исключив процедуру упаривания.

7 Градуировка прибора и проведение испытаний

7.1 Приготовление растворов для градуировки

Приготавливают не менее пяти растворов для градуировки с концентрацией меди, находящейся в диапазоне определяемых концентраций используемого спектрофотометра (от 0 до 5,0 мг/дм^3), путем разбавления раствора меди массовой концентрации 10 мг/дм^3 раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/ дм^3. Перед тем как доводить растворы до метки добавляют к каждому раствору азотнокислый аммоний, чтобы получить концентрацию приблизительно 100 мг/см^3.

7.2 Проведение испытаний

Настраивают спектрофотометр на длину волны, равную 324,8 нм. Используют окисляющее воздушно-ацетиленовое пламя. Последовательно трижды вводят в спектрофотометр раствор для градуировки, анализируемый раствор и холостой раствор, промывая прибор дистиллированной водой после каждого раствора. Строят график градуировки, используя среднее поглощение каждого градуировочного раствора как ординаты и соответствующие концентрации градуировочных растворов меди (мг/дм^3) как абсциссы.

8 Обработка результатов

При помощи графика градуировки определяют массовую концентрацию меди в анализируемом растворе, вычитая значение, полученное для раствора холостой пробы, результат выражают в миллиграммах на кубический дециметр.

Массовую долю меди в испытуемой пробе X, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{250(C_1 - C_0)}{m}, \quad (1)$$

где C_1 — массовая концентрация меди в анализируемом растворе, мг/дм^3;

C_0 — массовая концентрация меди в холостом растворе, мг/дм^3;

m — масса навески, г.

За результат определения массовой доли меди принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости 15 % при доверительной вероятности P = 0,95.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:
- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- результат проведенных испытаний;
- дату отбора проб и процедуру отбора проб (если известно);
- 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 результат.

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080

Ключевые слова: аммиачная селитра, удобрения с высоким содержанием азота, удобрения, содержание меди, показатели безопасности

Редактор *И.А. Косоруков*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 27.09.2016. Подписано в печать 29.09.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 31 экз. Зак. 2350.
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