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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33812— 2016

СЕЛИТРА АММИАЧНАЯ И УДОБРЕНИЯ НА ЕЕ ОСНОВЕ

Метод определения горючих органических веществ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 60 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 мая 2016 г. № 88-П)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 сентября 2016 г. № 1201-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33812—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 3)

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 Оборудование, реактивы и растворы 2
6 Подготовка к проведению определения 3
7 Проведение определения 4
8 Обработка результатов 5
9 Протокол испытаний 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛИТРА АММИАЧНАЯ И УДОБРЕНИЯ НА ЕЕ ОСНОВЕ

Метод определения горючих органических веществ

Ammonium nitrate and fertilizers on its base. Method for determination of combustible organic ingredients

Дата введения — 2017—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания горючих органических веществ в аммиачной селитре и удобрениях с высоким содержанием азота (далее — удобрениях).

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 2—2013 Селитра аммиачная. Технические условия
ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3776—78 Реактивы. Хрома (VI) оксид. Технические условия
ГОСТ 4107—78 Реактивы. Бария гидроокись 8-водная. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9179—77 Известь строительная. Технические условия
ГОСТ 21560.0—82 Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[1)]
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Метод приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

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.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

3 Сущность метода

Из пробы удаляют диоксид углерода, образованный неорганическими наполнителями, при помощи избытка кислоты. Органические соединения окисляют при помощи хромовой смеси и серной кислоты. Образовавшийся диоксид углерода поглощают раствором гидроксида бария. Образовавшийся осадок растворяют в растворе соляной кислоты и подвергают обратному титрованию раствором гидроксида натрия.

4 Отбор и подготовка проб

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

4.2 Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025.

4.3 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Оборудование, реактивы и растворы

5.1 Реактивы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 недавно прокипяченная для удаления диоксида углерода.

Хрома (VI) оксид по ГОСТ 3776, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., раствор массовой долей 60 %.

Гидроксид бария по ГОСТ 4107, ч.д.а, раствор молярной концентрации c (BaOH) = 0,05 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Бромфеноловый синий, раствор 0,4 г на 1 л воды.

Фенолфталеин, раствор 2 г на 1 дм^3 в растворе этанола (60 % по объему).

Известь гидратная (гашенная) по ГОСТ 9179, с размером частиц приблизительно от 1,0 до 1,5 мм.

5.2 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование:

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

Горелка газовая или электронагреватель, обеспечивающие регулирование скорости нагрева.

Тигли фильтровальные с поверхностью из прокаленного стекла, вместимостью 15 см^3, диметром основания 20 мм, высотой 50 мм, с диаметром пор от 5 до 15 мкм.

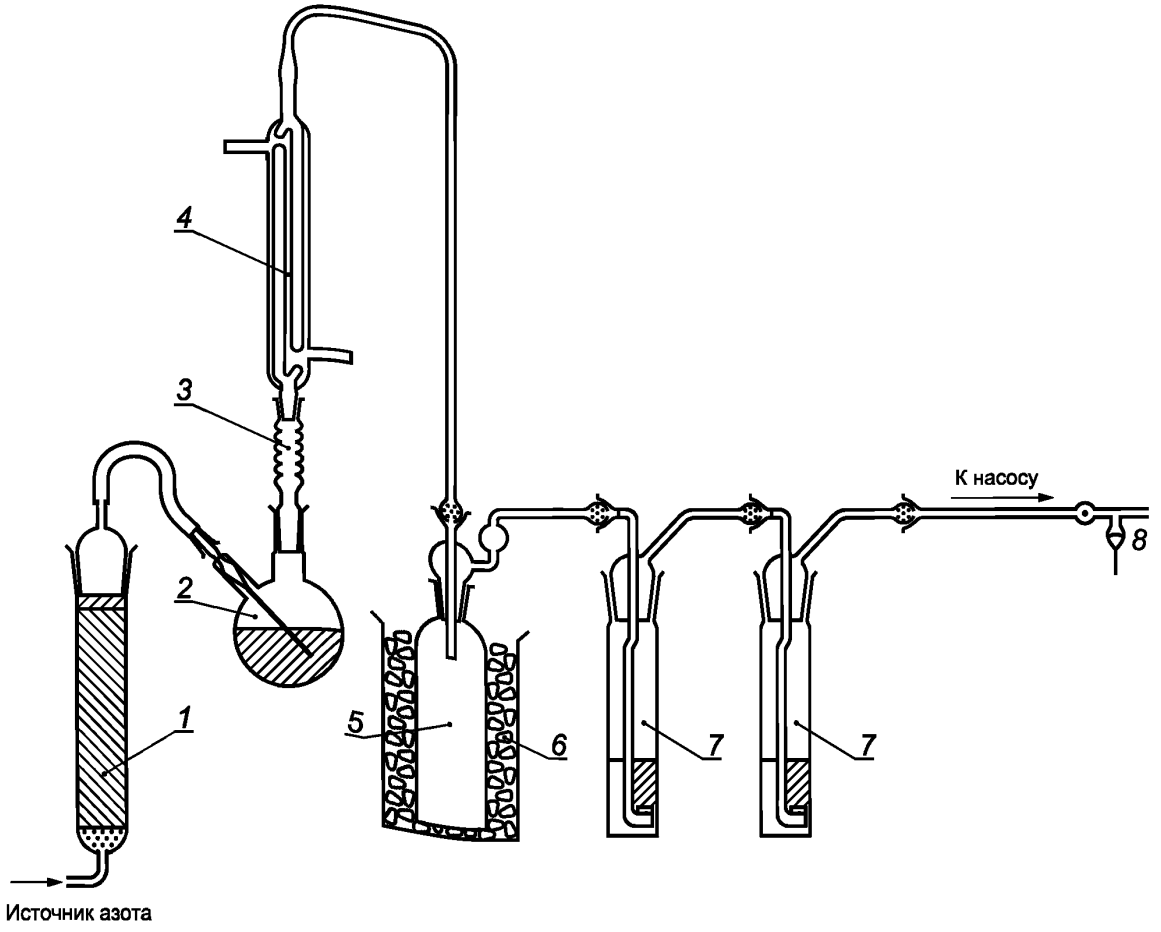
Стакан В-1–600 ТС ГОСТ 25336.

Источник азота давлением 5-6 мм рт. ст.

Установка для поглощения, собранная в соответствии с рисунком 1, при возможности с использованием сферических пришлифованных стыков, включающая следующие элементы:

- поглотительную колбу высотой 200 мм, диаметром 30 мм, наполненную раствором гидратной (гашеной) извести, удерживаемая стеклопластиковым зажимом;
- колбу КГУ-2–2–500–29/32 ТС по ГОСТ 25336 или другую круглодонную колбу с двумя горловинами, расположенными под углом, вместимостью 500 см^3;
- перегонную колонку Вигре высотой 150 мм;
- холодильник ХПТ-2–400–29/32 ХС по ГОСТ 25336;
- склянку для промывки газов (бутылка Дрекслера), выступающую в роли ловушки для избытка кислоты при дистилляции;
- ледяную ванну для охлаждения склянки для промывки газов;
- две поглотительные склянки диаметром от 32 до 35 мм и соединительный элемент с фильтром из пористого стекла низкой пористости длиной 10 мм;
- всасывающий насос и устройство управления всасывания, включающее Т-образную деталь из стекла, вставленную в круг, свободное плечо которого связано с тонкой капиллярной трубкой при помощи короткой резиновой трубки с винтовым зажимом.

Примечание — Применение кипящей хромовой кислоты в аппаратах со сниженным давлением является опасной операцией и требует соответствующих мер предосторожности.



1 — поглотительная колба, заполненная раствором гашеной извести; *2* — круглодонная колба; *3* — перегонная колонка Вигре; *4* — холодильник с прямой трубкой; *5* — склянка для промывки газов; *6* — ледяная баня; *7* — поглотительные склянки; *8* — устройство управления всасывания

Рисунок 1 — Схема установки для поглощения

6 Подготовка к проведению определения

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Раствор серной кислоты (процентное объемное содержание 60 %): наливают 360 см^3 дистиллированной воды в стакан вместимостью 1 дм^3, осторожно добавляют 640 см^3 серной кислоты (5.3).

6.1.2 Раствор нитрата серебра концентрацией 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят при помощи растворения в 1 дм^3 деминерализованной воды, 17 г азотнокислого серебра ч. д. а. по ГОСТ 1277.

6.1.3 Гидроксид бария раствор молярной концентрации *c* (BaOH) = 0,05 моль/дм^3

Взвешивают 15 г 8-водной гидроокиси бария, ч. д. а. по ГОСТ 4107 и полностью растворяют в горячей воде. Оставляют охлаждаться и затем переносят в колбу вместимостью 1 дм^3. Доводят до метки водой и перемешивают. Фильтруют через гофрированную фильтровальную бумагу.

6.1.4 Раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3

Раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

7 Проведение определения

7.1 Удаление карбонатов

Взвешивают (10,000 ± 0,001) г отобранной пробы удобрения. Помещают пробу в круглодонную колбу и добавляют 100 см^3 раствора серной кислоты массовой долей 60 %. В течение приблизительно 10 мин растворяют пробу при комнатной температуре.

Собирают установку для поглощения в соответствии с рисунком 1, присоединяют один конец поглотительной колбы (*1*) к источнику азота при помощи обратного клапана, другой конец подающей трубки к круглодонной колбе (*2*). Устанавливают перегонную колонку Вигре (*3*) и холодильник (*4*) с системой подачи воды. Регулируют подачу азота таким образом, чтобы обеспечить умеренный поток сквозь раствор, доводят раствор до кипения и продолжают нагревать в течение 2 мин. По истечении данного времени не должно быть бурного выделения газов. Если наблюдается бурное выделение газов, продолжают нагревание еще 30 мин. Оставляют раствор охлаждаться не менее чем на 20 мин, продолжая пропускать сквозь него азот.

Затем полностью собирают установку для поглощения, как указано на рисунке 1, соединяя холодильник со склянкой для промывки газов (*5*) и поглотительными склянками (*7*). Необходимо продолжать пропускание азота сквозь раствор при сборке установки для поглощения. Быстро вводят 50 см^3 раствора гидроксида бария в каждую из поглотительных склянок.

Продолжают пропускать поток азота еще приблизительно 10 мин. Раствор в поглотительных склянках должен оставаться прозрачным. Если этого не произошло, процесс удаления карбонатов должен быть повторен.

7.2 Окисление и адсорбция

Вынимают трубку подачи к аппарату азота, быстро вносят 20 г оксида хрома (IV) и 6 см^3 раствора нитрата серебра, используют боковую горловину круглодонной колбы (*2*). Подсоединяют установку для поглощения к устройству управления всасывания (*8*) и настраивают поток азота таким образом, чтобы через поглотительные склянки и фильтр из пористого стекла проходил устойчивый поток газа.

Нагревают круглодонную колбу (*2*) до закипания жидкости и поддерживают кипение в течение полутора часов[1)]. При необходимости регулируют всасывающий насос при помощи соответствующего вентиля, чтобы контролировать поток азота, так как осажденный во время определения карбонат кальция может блокировать фильтр из пористого стекла. Операция считается успешной, если раствор гидроксида бария в поглотительной склянке (*7*) остается прозрачным. В противном случае повторяют операцию. Прекращают нагревание и разбирают установку. Промывают снаружи и внутри дистиллированной водой соединительные элементы для поглотительных склянок, чтобы смыть гидроксид бария, сливая воду в соответствующие поглотительные склянки. Помещают соединительные элементы один за другим в стакане вместимостью 600 см^3, который затем будет использован для определения содержания горючих органических веществ.

Быстро проводят фильтрование под вакуумом содержимого, сначала второй поглотительной колбы, затем первой, используя тигель из пористого стекла. Собирают осадок, промывая поглотительные склянки деминерализованной водой, и этой же водой, примерно 50 см^3, промывают тигель. Помещают тигель в стакан вместимостью 600 см^3 и добавляют примерно 100 см^3 дистиллированной воды, недавно прокипяченной, для удаления диоксида углерода. Наливают 50 см^3 кипяченой воды в каждую из поглотительных склянок и пропускают азот через соединительные элементы в течение 5 мин. Соединяют воду с водой в стакане. Повторяют операцию один раз, чтобы обеспечить хорошее промывание соединительных элементов.

7.3 Определение содержания карбонатов, полученных из органических веществ

Добавляют пять капель фенолфталеина к содержимому стакана. Раствор должен приобрести красный цвет. По капле добавляют соляную кислоту до исчезновения розовой окраски. Тщательно перемешивают раствор, чтобы убедиться в том, что розовая окраска не появляется вновь. Добавляют пять капель бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислотой до появления желтого цвета. Добавляют дополнительно 10 см^3 соляной кислоты.

Нагревают раствор до температуры кипения и кипятят не более 1 мин. Проверяют, чтобы в жидкости не было никакого осадка.

Раствор охлаждают и проводят обратное титрование раствором гидроксида натрия.

[1)] Полтора часа — это время, достаточное для большинства реакций органических соединений в присутствии азотнокислого серебра в качестве катализатора.

7.4 Холостой опыт

7.4.1 Проводят холостой опыт, следуя такой же методике и используя то же количество реагентов.

8 Обработка результатов

Массовую долю горючих органических веществ C, %, в пересчете на углерод вычисляют по формуле

$$C = 0{,}06 \cdot \frac{V_1 - V_2}{E}, \quad (1)$$

где V_1 — общий объем соляной кислоты, добавленной после изменения цвета фенолфталеина, см^3;

V_2 — объем раствора гидроксида натрия, использованного при обратном титровании, см^3;

E — масса пробы, г;

0,06 — коэффициент пересчета на процентное содержание, в пересчете на углерод.

За результат определения массовой доли горючих органических веществ в пересчете на углерод принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предел повторяемости r = 0,05 при доверительной вероятности P = 0,95.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- полная идентификация образца;
- результат проведенных определений;
- дата отбора проб и процедура отбора проб (если известно);
- дата проведения анализа;
- все детали проводимого определения, 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: селитра аммиачная, удобрения с высоким содержанием азота, удобрения, горючие вещества, показатели безопасности

Редактор *А.Э. Елин*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 26.09.2016. Подписано в печать 29.09.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 32 экз. Зак. 2352.
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