ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КИСЛОТА АЗОТНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение содержания соединений трехвалентного азота. Титриметрический метод

Nitric acid for industrial use.
Determination of nitrous compounds.
Titrimetric method

Дата введения 1995—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания соединений трехвалентного азота в технической азотной кислоте в пересчете на азотистую кислоту (HNO_2).

В стандарте рассматриваются два варианта применения данного метода определения содержания соединений трехвалентного азота для массовых долей, равных или более 0,01 и менее 0,01 %.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 701—89 Реактивы. Кислота азотная концентрированная. Технические условия

ГОСТ 4148—78 Реактивы. Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6859—72 Приборы для отмеривания и отбора жидкостей. Технические условия

ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. 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 окислении соединений трехвалентного азота перманганатом калия, последующем добавлении раствора сульфата железа (II) и титровании его избытка раствором перманганата калия.

4 РЕАКТИВЫ

В ходе анализа следует применять реактивы химически чистые и чистые для анализа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, охлажденная до 0 °С.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации $c(^1/_2\ H_2SO_4) = 4$ моль/дм^3 (4 н.).

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, растворы молярной концентрации $c(^1/_5\ KMnO_4) = 0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н.) и $c(^1/_5\ KMnO_4) = 0{,}01$ моль/дм^3 (0,01 н.).

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148, растворы молярных концентраций $c\ (FeSO_4 \cdot 7\ H_2O) = 0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н.) и $c(FeSO_4 \cdot 7\ H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3 (0,01 н.), готовят по ГОСТ 701.

5 АППАРАТУРА

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104 или весы аналогичного типа с пределом взвешивания 200 г, с ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$ г, не ниже 2-го класса точности.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Прибор 3—1(2) (пипетка Лунге-Рея) по ГОСТ 6859.

Колбы конические Кн-1—500—29/32 ТХС (или банка вместимостью 500 см^3, снабженная стеклянной пришлифованной пробкой) и Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 5 и 25 см^3.

Баня с тающим льдом.

Примечание — *Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.*

6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

6.1 Охлаждение пробы

Исследуемую пробу охлаждают до температуры приблизительно 0 °С, погружая в баню со льдом примерно на 30 мин.

6.2 Предварительное испытание

С помощью данного испытания ориентировочно определяют содержание соединений трехвалентного азота в пересчете на азотистую кислоту в массовых долях более или менее 0,01 %.

Пипетку Лунге-Рея заполняют охлажденной исследуемой пробой (около 20 г или 15 см³) и по разности двух взвешиваний рассчитывают массу навески (результат измерения массы записывают с точностью до второго десятичного знака).

Пробу помещают в коническую колбу со стеклянной пробкой, содержащую 100 см³ воды, охлажденной до 0 °С, прибавляют 20 см³ раствора серной кислоты, охлаждают раствор до температуры 0 °С и перемешивают содержимое колбы.

Исследуемую пробу азотной кислоты, содержащую соединения трехвалентного азота, титруют раствором перманганата калия молярной концентрации $c(^1/_5\ KMnO_4) = 0{,}1$ моль/дм³ до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Если израсходованный для титрования объем раствора перманганата калия равен или превышает 0,85 см³, анализ необходимо проводить по 7.2; если указанный объем меньше 0,85 см³, анализ проводят по 7.3.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

7.1 Отбор пробы

Пипетку Лунге-Рея заполняют охлажденной исследуемой пробой (около 20 г) и рассчитывают массу навески по 6.2.

7.2 Ход анализа для азотной кислоты с массовой долей соединений трехвалентного азота в пересчете на азотистую кислоту, равной или более 0,01 %

В коническую колбу помещают 100 см³ воды, охлажденной до 0 °С, 20 см³ раствора серной кислоты, охлажденного до 0 °С, и с помощью бюретки вместимостью 25 см³ раствор перманганата калия молярной концентрации $c(^1/_5\ KMnO_4) = 0{,}1$ моль/дм³, в объеме, превышающем на 10,0 см³ объем раствора, установленный по 6.2 (V_0).

Содержимое колбы перемешивают и быстро вносят отобранную пробу, закрывают колбу пробкой и энергично встряхивают до исчезновения тумана (примерно 5 мин).

Затем прибавляют 20,0 см³ раствора сульфата железа (II) молярной концентрации $c(FeSO_4 \cdot 7\ H_2O) = 0{,}1$ моль/дм³ и титруют избыток его раствором перманганата калия той же молярной концентрации до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 1 мин (V_1).

Для корректировки объема сульфата железеа (II), внесенного в колбу в процессе анализа, прибавляют в ту же колбу 20,0 см³ раствора сульфата железа (II) молярной концентрации $c(FeSO_4 \cdot 7\ H_2O) = 0{,}1$ моль/дм³ и титруют раствором перманганата калия той же концентрации (V_2).

7.3 Ход анализа для азотной кислоты с массовой долей соединений трехвалентного азота в пересчете на азотистую кислоту менее 0,01 %

Анализ проводят в соответствии с 7.2 с использованием раствора перманганата калия молярной концентрации $c(^1/_5\ KMnO_4) = 0{,}01$ моль/дм³ (вместо 0,1 моль/дм³) и раствора сульфата железа (II) молярной концентрации $c(FeSO_4 \cdot 7\ H_2O) = 0{,}01$ моль/дм³ (вместо 0,1 моль/дм³).

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1 Для азотной кислоты с массовой долей соединений трехвалентного азота в пересчете на азотистую кислоту, равной или более 0,01 %

Массовую долю соединений трехвалентного азота в азотной кислоте в пересчете на азотистую кислоту C в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{[(V_0 + V_1) - V_2] \cdot 0{,}00235 \cdot 100}{m} = \frac{0{,}235[(V_0 + V_1) - V_2]}{m}, \qquad (1)$$

где V_0 — объем раствора перманганата калия, добавленный к исследуемой пробе в начале анализа, см³;

V_1 — объем раствора перманганата калия, израсходованный при первом титровании, см³;

V_2 — объем раствора перманганата калия, израсходованный при втором титровании, см³;

0,00235 — масса азотистой кислоты, соответствующая 1 см³ раствора перманганата калия молярной концентрации точно $c(^1/_5\ KMnO_4) = 0{,}1$ моль/дм³, г;

m — масса анализируемой пробы, г.

8.2 Для азотной кислоты с массовой долей соединений трехвалентного азота в пересчете на азотистую кислоту менее 0,01 %

Массовую долю соединений трехвалентного азота в азотной кислоте в пересчете на азотистую кислоту C в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{[(V_0 + V_1) - V_2] \cdot 0{,}000235 \cdot 100}{m} = \frac{0{,}0235[(V_0 + V_1) - V_2]}{m}, \qquad (2)$$

где V_0 — объем раствора перманганата калия, добавленный к исследуемой пробе в начале анализа, см^3;

V_1 — объем раствора перманганата калия, израсходованный при первом титровании, см^3;

V_2 — объем раствора перманганата калия, израсходованный при втором титровании, см^3;

0,000235 — масса азотистой кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора перманганата калия молярной концентрации точно $c(^1/_5\ KMnO_4) = 0{,}01$ моль/дм^3, г;

m — масса анализируемой пробы, г.

Примечания

1 Если концентрации используемых растворов не соответствуют указанным в перечне реактивов (раздел 4), необходимо ввести поправочные коэффициенты.

2 При необходимости содержание соединений трехвалентного азота выражают в пересчете на N_2O_4 (вместо HNO_2). Для этого следует в формулах заменить значения 0,00235 и 0,000235 на 0,0046 и 0,00046 соответственно.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 % — при содержании соединений трехвалентного азота от 0,2 до 0,6 % и 0,01 % — при содержании соединений трехвалентного азота от 0,01 до 0,06 %.

Допускаемая суммарная относительная погрешность результата анализа ±10 % для массовых долей от 0,2 до 0,6 % и ±30 % для массовых долей от 0,01 до 0,06 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

УДК 661.56.543.24:006.354 Л12 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: азотная кислота, химический анализ, определение содержания, соединения трехвалентного азота

gost.e-ecolog.ru