ГОСТ Р 50706.1—94 (ИСО 1980—77)
ГОСТ Р 50706.2—94 (ИСО 1981—77)
ГОСТ Р 50706.3—94 (ИСО 1983—77)
ГОСТ Р 50706.4—94 (ИСО 3693—77)

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КИСЛОТА АЗОТНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 11—93/665

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНЫ И ВНЕСЕНЫ Институтом ГИАП

2 ПРИНЯТЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 11 октября 1994 г. № 243

3 Настоящие стандарты подготовлены на основе международных стандартов ИСО 1980—77 «Кислота азотная техническая. Определение общей кислотности. Титриметрический метод», ИСО 1981—77 «Кислота азотная техническая. Определение содержания соединений трехвалентного азота. Титриметрический метод», ИСО 1983—77 «Кислота азотная техническая. Определение сульфатного остатка. Гравиметрический метод», ИСО 3693—77 «Кислота азотная техническая. Определение содержания хлорид-ионов. Потенциометрический метод» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

4 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1995

Настоящие стандарты не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ Р 50706.1—94 Кислота азотная техническая. Определение общей кислотности. Титриметрический метод 1

ГОСТ Р 50706.2—94 Кислота азотная техническая. Определение содержания соединений трехвалентного азота. Титриметрический метод 6

ГОСТ Р 50706.3—94 Кислота азотная техническая. Определение сульфатного остатка. Гравиметрический метод 12

ГОСТ Р 50706.4—94 Кислота азотная техническая. Определение содержания хлорид-ионов. Потенциометрический метод . . 16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КИСЛОТА АЗОТНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение общей кислотности. Титриметрический метод

Nitric acid for industrial use.
Determination of total acidity.
Titrimetric method

Дата введения 1995—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения общей кислотности технической азотной кислоты.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

Издание официальное

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 обратном титровании избытка раствора гидроокиси натрия при добавлении его к раствору азотной кислоты в присутствии индикатора.

4 РЕАКТИВЫ

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, нейтральная по индикатору с интервалом pH перехода окраски от 3,2 до 4,4.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н).

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

Индикатор с интервалом перехода окраски от 3,2 до 4,4; например метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

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 $1 \cdot 10^{-4}$ г, не ниже 2-го класса точности.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Горелка газовая для запаивания ампул или спиртовка СЛ-1 (СЛ-2) по ГОСТ 25336.

Ампула стеклянная сферическая диаметром около 20 мм с капилляром длиной около 50 мм (рисунок 1).

Колбы Кн-1—50—14/23 ТС, Кн-1—500—29/32 ТС или Кн-1—250—24/29 ТС с пришлифованными пробками.

Бюретки вместимостью 25 и 50 см^3.

Капельница 3-7/11 ХС или другого исполнения по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—250—2 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

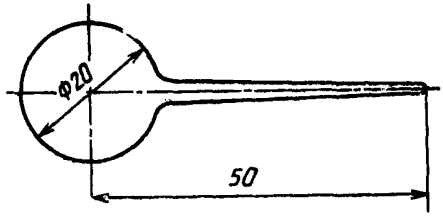

Рисунок 1 — Ампула стеклянная сферическая

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

Колбу вместимостью 50 см^3 заполняют исследуемой пробой. Ампулу взвешивают, затем слегка подогревают в пламени ее сферическую часть (результат взвешивания здесь и далее записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Капиллярный конец ампулы погружают в колбу с исследуемой пробой таким образом, чтобы во время охлаждения ампула заполнилась кислотой почти полностью (примерно 4 см^3) — при анализе разбавленной азотной кислоты и наполовину (примерно 2 см^3) — при анализе концентрированной кислоты.

Ампулу извлекают и тщательно протирают капиллярный конец фильтровальной бумагой.

Затем капиллярный конец запаивают в окислительном пламени горелки (без потери частиц стекла), охлаждают, промывают капилляр и тщательно протирают его фильтровальной бумагой.

Ампулу взвешивают и по разности результатов взвешиваний ампулы с пробой и пустой ампулы рассчитывают массу навески исследуемой пробы.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Ампулу с пробой осторожно помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 или толстостенную склянку, содержащую 100 см^3 охлажденной воды и 50,0 см^3 раствора гидроокиси натрия, закрывают колбу пробкой и при охлаждении встряхиванием разбивают ампулу с анализируемой пробой.

Охлаждение и встряхивание колбы продолжают до полного поглощения тумана.

Вынимают пробку и промывают ее водой, собирая промывную воду в ту же колбу. С помощью стеклянной палочки измельчают осколки ампулы, в особенности капилляр, который мог остаться неповрежденным при встряхивании колбы.

Стеклянную палочку промывают водой собирая промывную воду в ту же колбу.

Затем прибавляют 2—3 капли раствора индикатора и титруют избыток раствора гидроокиси натрия раствором серной кислоты до перехода окраски раствора от желтой до красной.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Общую кислотность C в процентах в пересчете на азотную кислоту вычисляют по формуле

$$C = \frac{(50 - V) \cdot 0{,}0630 \cdot 100}{m} = \frac{6{,}3 \cdot (50 - V)}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

50 — объем раствора гидроокиси натрия, см³;

0,0630 — масса азотной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно $c(NaOH) = 1$ моль/дм³, г;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

Примечание — Если концентрации использованных растворов не соответствуют указанным в перечне реактивов (раздел 4), необходимо ввести поправочные коэффициенты.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 и 0,2 % для массовых долей азотной кислоты от 45 до 70 % и от 70 до 99 % соответственно.

Допускаемая суммарная относительная погрешность результата анализа ±0,8 % для массовых долей азотной кислоты от 45 до 70 % и ±0,3 % для массовых долей азотной кислоты от 70 до 99 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

УДК 661.56.543.24:006.354 Л12 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: азотная кислота, химический анализ, кислотность, определение содержания, объемный анализ

gost.e-ecolog.ru