ГОСТ 30181.3—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОТА В УДОБРЕНИЯХ, СОДЕРЖАЩИХ АЗОТ В НИТРАТНОЙ ФОРМЕ

Издание официальное

БЗ 8—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 84 «Неорганические продукты азотной группы на базе аммиака и азотной кислоты и полупродукты их производства»

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6—94 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 7 июня 1996 г. № 357 межгосударственный стандарт ГОСТ 30181.3—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 20851.1—75 в части раздела 3

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

Метод определения массовой доли азота в удобрениях, содержащих азот в нитратной форме

Mineral fertilizers.
Method for determination of mass fraction
of nitrogen in fertilizers with nitrate nitrogen

Дата введения 1997—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения массовой доли азота в удобрениях, содержащих азот в нитратной форме. Диапазон определения массовых долей — 10—20 %

Продолжительность анализа — 30 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ± 1 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ (для массовой доли азота 15 %).

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 3765—78 Реактивы Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

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

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5839—77 Реактивы. Натрий щавелевокислый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8050—85 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20490—75 Реактивы. 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

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на восстановлении нитратного азота раствором сернокислого железа (II) в кислой среде в присутствии молибденовокислого аммония в качестве катализатора

$$NO_3^- + 3Fe^{2+} + 4H^+ \rightarrow 3Fe^{3+} + NO + 2H_2O$$

с последующим оттитровыванием избытка сернокислого железа (II) раствором марганцовокислого калия.

$$5Fe^{2+} + MnO_4^- + 8H^+ \rightarrow 5Fe^{3+} + Mn^{2+} + 4H_2O.$$

Метод не применим в присутствии посторонних окислителей и восстановителей.

4 РЕАКТИВЫ

Силикагель по ГОСТ 3956.

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148, х.ч., раствор молярной концентрации c ($FeSO_4$) = 0,2 моль/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х.ч., раствор молярной концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3; приготовление и определение коэффициента поправки по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Аммоний молибденовокислый 4-водный по ГОСТ 3765, х.ч.

Оксид углерода (IV) по ГОСТ 8050.

Натрий углекислый по ГОСТ 4201, ч.д.а.

Натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068, х.ч.

5 АППАРАТУРА

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

Весы лабораторные общего назначения модель ВЛКТ-2 кг-М по ГОСТ 24104 или весы другого типа с пределом взвешивания 2000 г, ценой наименьшего деления не более 0,1 г, 4-го класса точности.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Термометр 1-Б3 по НД.

Секундомер любого типа.

Бюретки вместимостью 25 и 50 см^3.

Пипетки вместимостью 5, 10, 25 см^3.

Колбы 2—500—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1(3)—25; 1(3)—50; 1—500 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2—250—34 ТС; Кн-2—500—34 ТС по ГОСТ 25336.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Чашка выпарительная 5 по ГОСТ 9147 или поглотитель с силикагелем.

Шпатель 2(3) или ложка 2(3) по ГОСТ 9147.

Встряхиватель механический, ротационный или реверсионный.

Пробка с газоотводной трубкой по ГОСТ 25336.

Воронка В-58—80 ТХС по ГОСТ 25336.

Промывалка любого типа.

Фильтры обеззоленные («синяя лента») по НД или бумага фильтровальная средней плотности по ГОСТ 12026.

6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

6.1 Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Навеску молибденовокислого аммония массой 30 г (результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака) растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды при температуре 50 °С, раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

6.2 Приготовление раствора сернокислого железа (II) молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$

Навеску сернокислого железа (II) массой 55,6 г (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака) переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, добавляют 8 г кристаллического хлористого натрия и 100 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, затем добавляют 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 500 $см^3$ дистиллированной воды. После растворения соли объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

6.3 Приготовление смеси солей

Навеску двууглекислого натрия массой 300 г (результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака) помещают в фарфоровую чашку, добавляют при перемешивании 80 $см^3$ дистиллированной воды и 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

После растворения соли раствор выпаривают и сушат при температуре 100 °С, периодически перемешивая во избежание образования сплошной спекшейся массы.

6.4 Оксид углерода (IV) очищают при пропускании через поглотитель, заполненный силикагелем.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску удобрения массой 2 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 450 $см^3$ дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой и перемешивают в течение 10—30 мин (в зависимости от растворимости удобрения) на механическом встряхивателе или вручную, доводят объем раствора

дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют раствор через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

20 см^3 полученного раствора отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют пипеткой 20 или 25 см^3 раствора сернокислого железа (II), 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и 5 см^3 концентрированной серной кислоты.

Затем либо вносят в раствор смесь солей отдельными порциями массой по 10 г (результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака), следя за тем, чтобы в течение 10 мин не прекращалось выделение углекислого газа, либо пропускают через раствор углекислый газ в течение того же времени; колбу с раствором закрывают пробкой с газоотводной трубкой.

Через 10 мин в колбу приливают 20 см^3 концентрированной серной кислоты, добавляют 1 г кислого углекислого натрия (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и вновь закрывают колбу пробкой с газоотводной трубкой.

*После прекращения выделения углекислого газа раствор нагрева*ют до кипения и кипятят в течение 5 мин до появления светло-желтой окраски раствора. Колбу с раствором быстро охлаждают струей холодной воды, ополаскивают газоотводную трубку дистиллированной водой, добавляя промывную воду к основному раствору, доводят объем анализируемого раствора до 350 см^3 и титруют избыток сернокислого железа (II) раствором марганцовокислого калия до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 10 с. Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю нитратного азота X в пересчете на азот, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}1 \cdot 4{,}67 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot 1000}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка сернокислого железа (II) при проведении контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка раствора сернокислого железа (II) в анализируемом растворе, см^3;

K — коэффициент поправки для молярной концентрации раствора марганцовокислого калия;

0,1 — заданная молярная концентрация раствора марганцовокислого калия, моль/дм^3;

4,67 — молярная масса эквивалента азота, г/моль;

m — масса навески, г;

V_2 — объем раствора пробы, взятый для анализа, см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовых долей азота 14,5 — 17,0 %).

УДК 631.82:546.17.06:006.354 ОКС 71.040.40 Л19 ОКСТУ 2109

Ключевые слова: удобрения минеральные, химический анализ, азот, объемный анализ

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.10.96. Подписано в печать 10.12.96.
Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,47. Тираж 220 экз. С4055 Зак. 605

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru