ГОСТ 30181.2—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУММАРНОЙ МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОТА В ОДНОКОМПОНЕНТНЫХ УДОБРЕНИЯХ (В АММОНИЙНОЙ И АМИДНОЙ ФОРМАХ БЕЗ ОТГОНКИ АММИАКА)

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. № 356 межгосударственный стандарт ГОСТ 30181.2—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 2

© 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 суммарной массовой доли азота в однокомпонентных удобрениях (в аммонийной и амидной формах без отгонки аммиака)

Mineral fertilizers.
Method for determination of total mass fraction of nitrogen in single-component fertilizers (in ammonium and amide forms, no deammoniation)

Дата введения 1997—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения суммарной массовой доли азота в аммонийной и амидной формах в однокомпонентных азотных удобрениях. Диапазон определения массовых долей азота — 40—46 %.

Продолжительность анализа — 40 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ± 0,7 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовой доли азота 40 %).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

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 Растворы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 6341—75 Реактивы. Кислота янтарная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

ГОСТ 12871—93 Асбест хризотиловый. Технические условия

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

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. 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 гидролизе амидного азота до аммонийного при кипячении с концентрированной серной кислотой с последующим взаимодействием его с формальдегидом и титрованием выделившейся кислоты гидроокисью натрия

$$(NH_2)_2\,CO + H_2O + 2H^+ \rightarrow 2NH_4^+ + CO_2$$

$$4NH_4^+ + 6HCOH \rightarrow (CH_2)_6N_4 + 4H^+ + 6H_2O.$$

4 РЕАКТИВЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., концентрированная, раствор молярной концентрации $c\,(^1/_2H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., растворы молярными концентрациями 0,1; 0,5 или 1; 5 моль/дм^3.

Калий фталевокислый кислый по НД, ч.д.а. или кислота янтарная по ГОСТ 6341, х.ч. перекристаллизованные по ГОСТ 4919.2, или кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Фенолфталеин (индикатор), приготовленный по ГОСТ 4919.1, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %, приготовленный при нагревании.

Тимолфталеин, ч.д.а. (индикатор).

Формалин по ГОСТ 1625, водный раствор с массовой долей 25 %.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5 АППАРАТУРА

Бюретки вместимостью 25 и 50 $см^3$.
Цилиндры 1—10; 1(3)—50 по ГОСТ 1770.
Пипетки вместимостью 5, 10, 25 $см^3$.
Секундомер любого типа.
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.
Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.
Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.
Промывалка любого типа.
Капельница 3—7/11 ТХС по ГОСТ 25336.
Электроплитка по ГОСТ 14919 или колбонагреватель.
Асбест по ГОСТ 12871.
Шпатель 2(3) или ложка 2(3) по ГОСТ 9147.

6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

6.1 Определение коэффициента поправки K для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия

При определении коэффициента поправки для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ навеску янтарной кислоты массой 0,15—0,25 г или кислого фталевокислого калия массой 0,5 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды, раствор янтарной кислоты нагревают до кипения. Затем добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Действительную молярную концентрацию раствора гидроокиси натрия C_0, моль/$дм^3$, вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{m_0 \cdot 1000}{M \cdot V_0}, \quad (1)$$

где m_0 — масса навески установочного вещества, г;

M — молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль;

V_0 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование навески, см^3.

Коэффициент поправки K вычисляют по формуле

$$K = \frac{C_0}{0{,}1}, \quad (2)$$

где C_0 — действительная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм^3;

0,1 — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм^3.

Аналогично определяют коэффициенты поправки для молярных концентраций растворов гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 и c (NaOH) = 1 моль/дм^3, увеличив навеску установочного вещества пропорционально концентрации.

6.2 Раствор формалина перед использованием нейтрализуют по фенолфталеину до слабо-розовой окраски.

6.3 Приготовление раствора смешанного индикатора

Смешанный индикатор (pH перехода окраски 9,6) готовят следующим образом: навески препаратов фенолфталеина и тимолфталеина массой 0,5 г каждая (результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака) растворяют в 100 см^3 этилового спирта.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Массу навески удобрения устанавливают от 1 до 2,5 г в зависимости от массовой доли азота в удобрении (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Навеску анализируемой пробы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 (при анализе жидких удобрений 25 см^3 продукта помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, отбирают пипеткой 10 см^3 раствора и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3) и прибавляют 5—10 см^3 концентрированной серной кисло-

ты. Содержимое колбы перемешивают и осторожно нагревают на электроплитке (с листом асбеста) до прекращения бурного выделения пузырьков углекислого газа. Затем нагревают до кипения и кипятят до полного прекращения выделения отдельных пузырьков углекислого газа и появления белых паров серной кислоты, нагревают еще 10 мин, после чего содержимое колбы охлаждают до температуры окружающего воздуха.

После охлаждения в колбу осторожно приливают 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют 1—2 капли индикатора метилового красного и нейтрализуют избыток кислоты раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 5 моль/дм^3 до перехода розовой окраски раствора в желтую, а затем по каплям добавляют раствор серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм^3 до появления розового оттенка.

К охлажденному до температуры окружающего воздуха нейтрализованному раствору прибавляют 20—40 см^3 раствора формалина с массовой долей 25 %, 5 капель смешанного индикатора с pH 9,6 и через 1—2 мин титруют выделившуюся кислоту раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией 0,5 или 1 моль/дм^3 до изменения розовой окраски через желтую до слабо-розовой, после чего раствор дотитровывают раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 до появления малиновой окраски, не исчезающей в течение 1 — 1,5 мин.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Суммарную массовую долю азота X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V \cdot K_1 + \frac{V_1 \cdot C}{C_1} \cdot K) \cdot C_1 \cdot 14 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \qquad (3)$$

Суммарную массовую долю азота в жидких удобрениях X', %, вычисляют по формуле

$$X' = \frac{(V \cdot K_1 + \frac{V_1 \cdot C}{C_1} \cdot K) \cdot C_1 \cdot 14 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot \rho \cdot 10 \cdot 1000}, \qquad (4)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 или 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

C — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на дотитрование, см^3;

K_1 — коэффициент поправки для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,5 или 1 моль/дм^3;

K — коэффициент поправки для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3;

C_1 — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,5 или 0,1 моль/дм^3;

14 — молярная масса эквивалента азота, г/моль;

m — масса навески удобрения, г;

ρ — плотность жидких удобрений при 20 °С (определяется в стандартах на жидкие удобрения), г/см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 % при доверительной вероятности P = 0,95 (для массовых долей азота 40,5 — 46,0 %).

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 223 экз. С 4049. Зак. 606.

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

gost.e-ecolog.ru