МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУММАРНОЙ МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОТА В СЛОЖНЫХ УДОБРЕНИЯХ (В АММОНИЙНОЙ И АМИДНОЙ ФОРМАХ С ОТГОНКОЙ 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. № 355 межгосударственный стандарт ГОСТ 30181.1—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 1

© 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 сложных удобрениях (в аммонийной и амидной формах с отгонкой аммиака)

Mineral fertilizers.
Method for determination of total mass fraction of nitrogen
in compound fertilizers (in ammonium and amide forms, with 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 сложных удобрениях, не содержащих нитратной формы азота. Диапазон определения массовых долей азота — 10—35 %.

Продолжительность анализа — 4 ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ± 1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовой доли азота 21 %).

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 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

Издание официальное

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

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 23683—89 Парафины нефтяные твердые. 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 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на гидролизе амидного азота до аммонийного при кипячении с концентрированной серной кислотой, минерализации органического азота до аммонийного при кипячении с концентрированной серной кислотой в присутствии смеси сульфатов меди и калия (натрия) с последующей отгонкой аммиака из щелочного раствора в раствор серной кислоты и обратном титровании избытка кислоты раствором гидроокиси натрия.

4 РЕАКТИВЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., концентрированная, раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,5 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., растворы с массовой долей 40 % и молярной концентрацией c (NaOH) = 0,5 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, х.ч.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х.ч., или натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х.ч.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х.ч.

Фенолфталеин (индикатор), приготовленный по ГОСТ 4919 1, спиртовый раствор с массовой долей 0,1 %.

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

Бромкрезоловый зеленый, спиртовый раствор с массовой долей 0,1 % или метиленовый голубой (индикатор), спиртовый раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный при слабом нагревании

Смешанный кислотно-основной индикатор (метиловый красный и бромкрезоловый зеленый или метиловый красный и метиленовый голубой), готовят по ГОСТ 4919.1, 3.2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага индикаторная универсальная по НД.

Парафин по ГОСТ 23683, ч., или масло силиконовое, ч , (вещества, снижающие пенообразование).

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769, х.ч., высушенный до постоянной массы при 105 °С.

5 АППАРАТУРА

Бюретки вместимостью 25 и 50 см^3.

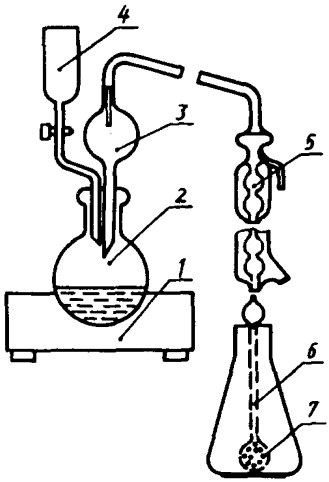
Цилиндры 1—10; 1(3)—50; 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

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.

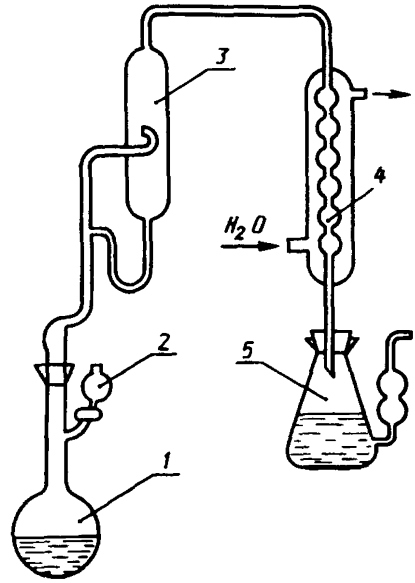
Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Прибор для отгонки аммиака (рисунки 1, 2) или аналогичный прибор.



1 — колбонагреватель; *2* — реакционная колба вместимостью 0,5 — 1,0 дм^3; *3* — каплеуловитель; *4* — капельная воронка с краном; *5* — холодильник; *6* — приемник; *7* — барбатер

Рисунок 1 — Прибор для отгонки аммиака



1 — колба стеклянная круглодонная; *2* — воронка стеклянная капельная; *3* — каплеуловитель; *4* — холодильник стеклянный шариковый; *5* — колба коническая

Рисунок 2 — Прибор для отгонки аммиака

Прибор комплектуется:

- колбой К-2—1000—42 ТХС по ГОСТ 25336;
- каплеуловителем КО-60 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронкой капельной (рисунки 1,2);
- холодильником ХШ-1—300—29/32 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбой (приемником) Кн-2—500—34 ТХС по ГОСТ 25336 и барбатером (рисунок 1) или колбой (приемником) конической вместимостью 500 см^3 с отводной трубкой (рисунок 2);
- электроплиткой по ГОСТ 14919 или колбонагревателем.

Асбест по ГОСТ 12871.

Пробирка типа П1, П2, П2Т, П3, П4 вместимостью не более 10 см^3 по ГОСТ 25336.

Промывалка любого исполнения.

Капельница 3—7/11ТХС по ГОСТ 25336 или любого типа.

Средства против бурного кипения — «кипелки», представляющие

собой стеклянную трубку размером 100 × 5 мм с полиэтиленовой трубкой длиной 25 мм на конце или стеклянные шарики диаметром 3—5 мм, или кусочки пористого материала, устойчивые в данной среде (пемза, гранулы оксида алюминия (III)).

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) = 0,5 моль/дм^3 навеску янтарной кислоты массой 1,25 — 2,50 г или кислого фталевокислого калия массой 2,5 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.

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

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

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

$$K = \frac{C_0}{0,5}, \qquad (2)$$

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

0,5 — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм^3.

6.2 Прибор проверяют следующим образом:

навеску сернокислого аммония, содержащую 100 мг азота (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в реакционную колбу (рисунки 1, 2), собирают прибор в соответствии с рисунком 1 или 2 и проводят операции, указанные в разделе 7.

Полученный результат может отличаться от заданной массовой доли азота не более чем на значение погрешности анализа.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Массу навески удобрения устанавливают от 0,5 до 2 г в зависимости от массовой доли азота в удобрении (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Навеску анализируемой пробы помещают в круглодонную колбу (рисунки 1, 2).

При отсутствии в удобрении органического азота гидролиз амидного азота проводят следующим образом: колбу с навеской анализируемой пробы помещают в вытяжной шкаф, вносят в колбу несколько «кипелок», осторожно добавляют 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты, устанавливают колбу на электрическую плитку, подложив под колбу лист асбеста, или на колбонагреватель.

Содержимое колбы доводят до легкого кипения и осторожно нагревают до полного прекращения выделения пузырьков и появления белых паров серной кислоты, после чего нагрев увеличивают и кипятят пробу еще в течение 15 мин.

Затем колбе дают остыть, осторожно добавляют 200—250 $см^3$ дистиллированной воды и вновь охлаждают до температуры окружающего воздуха.

Если в состав удобрения входит органический азот помимо карбамидного или состав удобрения не известен, минерализацию проводят следующим образом: колбу с навеской анализируемой пробы помещают в вытяжной шкаф, добавляют 0,7 г сернокислой меди, 10 г сернокислого калия или безводного сернокислого натрия (результат взвешивания массы записывают с точностью до второго и де первого десятичного знака соответственно), помещают в колбу несколько «кипелок», осторожно добавляют 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты и одну каплю вещества, снижающего пенообразование. После этого колбу устанавливают на колбонагреватель или электроплитку с асбестовой сеткой, при интенсивном пенообразовании уменьшают нагрев.

После прекращения образования пены нагрев увеличивают до кипения и кипятят до полного прекращения выделения белых паров, после чего содержимое колбы слегка перемешивают и кипятят еще в течение 60 мин (для полной минерализации). По окончании нагревания содержимое колбы охлаждают, осторожно добавляют 200–250 см^3 дистиллированной воды и вновь охлаждают до температуры окружающего воздуха.

Собирают прибор в соответствии с рисунком 1 или 2. Перед соединением из бюретки в приемник наливают 40–50 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,5 моль/дм^3, затем добавляют 3 капли смешанного индикатора и такой объем дистиллированной воды, чтобы барбатер (рисунок 1) или отверстие боковой трубки (рисунок 2) были закрыты жидкостью.

Из капельной воронки в круглодонную колбу осторожно приливают 30–50 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 %. Затем закрывают кран, оставив в капельной воронке около 2 см^3 раствора, и добавляют в нее 30 см^3 дистиллированной воды. После прекращения бурной реакции в реакционной колбе колбу нагревают, доводят содержимое колбы до интенсивного кипения и кипятят раствор до тех пор, пока из колбы не отгонится $^2/_3$ жидкости. Затем проверяют отсутствие аммиака в конденсате, для этого отсоединяют приемник, обмывают конец барбатера (срез выходной трубки холодильника в случае использования колбы с отводной трубкой), сливая промывные воды в приемник, набирают в пробирку около 1 см^3 дистиллята и испытывают полноту отгонки аммиака при помощи индикаторной бумаги (значение pH 6–7). Можно также добавить в пробирку реактив Несслера. При отсутствии аммиака не должно появляться желтой окраски. При большом значении pH отгонку продолжают, проверяя каждые 10 мин отсутствие аммиака в конденсате, как указано выше.

После окончания отгонки удаляют источник тепла, приемник с холодильником отсоединяют, промывают холодильник дистиллированной водой, сливая промывные воды в приемник.

Избыток серной кислоты оттитровывают раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 в присутствии смешанного индикатора до изменения окраски от фиолетовой до зеленой.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта. Контрольный опыт проводят ежедневно и при применении новых реактивов.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Суммарную массовую долю азота X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}5 \cdot 14 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты при проведении контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты при анализе пробы, см^3;

K — коэффициент поправки для молярной концентрации раствора гидроокиси натрия;

0,5 — номинальная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм^3;

14 — молярная масса эквивалента азота, г/моль;

m — масса навески, г.

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 19,5—21,5 %).

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. 0,70. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 225 экз. С 4051.Зак. 607.

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