М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Титриметрический метод определения массовой доли оксида углерода (IV)

ГОСТ 28326.7—89

Technical liquid ammonia.
Determination of carbon oxide (IV) mass percentage by titrimetric method

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения массовых долей оксида углерода (IV) от 10 до 50 млн$^{-1}$ (мг/кг).

Метод основан на взаимодействии оксида углерода (IV) с гидроксидом бария с последующим титрованием избытка гидроксида бария соляной кислотой.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

После затвердения гидроксида бария в пробоотборную пробирку помещают пробу аммиака до метки, соответствующей вместимости 200 см^3.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пробирка пробоотборная по ГОСТ 6221 вместимостью 350 см^3.

Пипетка 2—1(2)—20 по НТД.

Цилиндры 3—250, 3—50 по ГОСТ 1770.

Бюретка 3—2—25—01 по НТД.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления не более $1 \cdot 10^{-4}$ г.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328**.

Секундомер СОПпр-3б-1—000 или любого другого типа.

Термометры для диапазона измеряемых температур от минус 30 °С до плюс 70 °С.

Капельница 3—7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Кольцо резиновое уплотнительное.

Сосуд Дьюара стеклянный для жидкостей или стакан 6, 7 по ГОСТ 9147.

Трубки резиновые технические по ГОСТ 5496.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3, поправочный коэффициент определяют по углекислому натрию по ГОСТ 25794.1.

Бария гидроксид 8-водный по ГОСТ 4107, х.ч., раствор молярной концентрации c ($Ba(OH)_2 \times \times 8H_2O$) = 0,025 моль/дм^3.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

** С 1 июля 2002 г введен в действие ГОСТ 7328—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Тимолфталеин индикатор, ч.д.а., спиртовый раствор с массовой долей 0,5 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Формалин по ГОСТ 1625, водный раствор с массовой долей 20 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, первый сорт.

Оксид углерода (IV) твердый по ГОСТ 12162 или по ГОСТ 8050.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х.ч.

Аскарит.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора гидроксида бария молярной концентрации c ($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$) = = 0,025 моль/дм^3.

7,884 г гидроксида бария помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, предварительно продутую азотом, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды. После растворения гидроксида бария доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Дистиллированная вода не должна содержать оксид углерода (IV).

Если раствор получается мутным, его оставляют для отстаивания, после чего сливают верхний слой, который используют при проведении анализа.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

После прекращения испарения аммиака для полного удаления его из пробы в пробирку добавляют 20 см^3 свежепрокипяченной в течение 30 мин дистиллированной воды и кипятят (интенсивное кипение) пробу в течение 20 мин на электроплитке, не применяя водную баню. Затем пробу охлаждают, закрыв пробирку пробкой с трубкой, наполненной аскаритом, и добавляют 30 см^3 формалина с массовой долей 20 %, нейтрализованного по тимолфталеину.

Через 2 мин добавляют 2 капли тимолфталеина и титруют избыток гидроксида бария соляной кислотой до исчезновения синей окраски.

Одновременно проводят холостой опыт. Для этого в пробоотборную пробирку помещают 20 см^3 раствора гидроксида бария, добавляют 20 см^3 свежепрокипяченной в течение 30 мин дистиллированной воды и ставят кипятить рядом с анализируемой пробой на 20 мин. Затем закрывают пробирку пробкой с трубкой, заполненной аскаритом, охлаждают, добавляют 30 см^3 формалина с массовой долей 20 %, нейтрализованного по тимолфталеину, через 2 мин добавляют 2 капли тимолфталеина и титруют соляной кислотой до исчезновения синей окраски.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю оксида углерода (IV) (X) в миллионных долях вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \cdot K_1 \cdot 44 \cdot 0{,}025 \cdot K \cdot 1000}{(V_2 - V_3) \cdot 0{,}682},$$

где V_0 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование холостой пробы, см^3;

V_1 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование рабочей пробы, см^3;

K_1 — поправочный коэффициент к молярной концентрации раствора соляной кислоты;

44 — молярная масса эквивалента оксида углерода (IV), г/моль;

0,025 — номинальная молярная концентрация раствора гидроксида бария, моль/дм^3;

K — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

V_2— суммарный объем жидкого аммиака и гидроксида бария, см^3;

V_3 — объем гидроксида бария, см^3;

0,682 — плотность жидкого аммиака, г/см^3.

После преобразований формула примет вид

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \cdot K_1 \cdot K \cdot 1613}{V_2 - V_3}.$$

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 млн$^{-1}$ (мг/кг), при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ± 5 мин$^{-1}$ (мг/кг) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного Комитета СССР по стандартам от 09.11.89 № 3320

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части п. 4.9

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6385—88

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 1625—89	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 2603—79	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4107—78	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 5496—78	2
ГОСТ 6221—90	1, 2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 7328—82	2
ГОСТ 8050—85	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 12162—77	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 25794.1—83	2
ГОСТ 28326.1—89	5

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 28326.1—89 Аммиак жидкий технический. Методы определения остатка после испарения 3
ГОСТ 28326.2—89 Аммиак жидкий технический. Определение массовой доли воды методом Фишера . . 9
ГОСТ 28326.3—89 Аммиак жидкий технический. Определение массовой концентрации масла методом инфракрасной спектрометрии 13
ГОСТ 28326.4—89 Аммиак жидкий технический. Спектрофотометрический метод определения массовой концентрации масла 17
ГОСТ 28326.5—89 Аммиак жидкий технический. Фотоколориметрический метод определения массовой концентрации железа 21
ГОСТ 28326.6—89 Аммиак жидкий технический. Визуально-нефелометрический метод определения общего хлора 24
ГОСТ 28326.7—89 Аммиак жидкий технический. Титриметрический метод определения массовой доли оксида углерода (IV) 29

Аммиак жидкий технический

Методы анализа

БЗ 11—2004

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.11.2005. Подписано в печать 12.01.2006. Формат 60 × 84$^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ.л. 3,72. Уч.-изд.л. 2,60. Тираж 250 экз. Зак. 21. С 2330.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru