Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Визуально-нефелометрический метод определения общего хлора

ГОСТ 28326.6—89

Technical liquid ammonia.
Determination of total chlorine content by visual nephelometry method

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт устанавливает визуально-нефелометрический метод определения массовых долей общего хлора от 0,1 до 1,0 млн$^{-1}$ (мг/кг).

Метод основан на сравнении помутнения рабочей пробы и образца сравнения. С помощью металлического натрия содержащиеся в жидком аммиаке хлориды переводят в хлористый натрий, при взаимодействии которого с азотнокислым серебром образуется мелкодисперсный осадок хлористого серебра, вызывающий помутнение (опалесценцию) раствора.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

Объем пробы составляет 150 см^3.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пробирка пробоотборная по ГОСТ 6221 вместимостью 250 см^3 с меткой, соответствующей вместимости 150 см^3.

Пробирка Несслера (пробирка с плоским дном из бесцветного стекла с меткой, соответствующей вместимости 100 см^3).

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 другого типа.

Термометры для диапазона измеряемых температур от минус 30 °С до плюс 70 °С и от 0 °С до 150 °С.

Пипетки 1—2—1 или 5—2—1, 7—2—5, 7—2—10, 2—2—10 по НТД.

Колбы 2—250—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—25, 1—100, 1—250 по ГОСТ 1770.

Капельница 3—7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или любая другая закрытая плитка.

Шкаф сушильный электрический типа 2В-151 или другого типа с диапазоном регулирования температуры от 40 °С до 200 °С.

Трубки резиновые технические по ГОСТ 5496.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Колба 2—250—29/32 по ГОСТ 25336 (колба Бунзена).

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001 (здесь и далее).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Фильтр ФКП-50-ПОР 100 ХС или воронка фильтрующая ВФ-2-90-ПОР 40 29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СН-60/14 по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Натрий металлический технический по ГОСТ 3273 или по другой нормативно-технической документации, не содержащий примеси хлоридов.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч., раствор с массовой долей 2,5 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., ледяная, раствор молярной концентрации c (CH_3COOH) = 6 моль/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., разбавленная в объемном соотношении 1:1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, первый сорт, или спирт метиловый по ГОСТ 6995.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., высушенный до постоянной массы при температуре 100°С—120 °С.

Фенолфталеин, спиртовый раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основных растворов

Основной раствор А готовят из хлористого натрия. 0,8242 г хлористого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Получают раствор А, массовая концентрация хлора в котором составляет 0,0005 г/см^3.

Основной раствор Б готовят разбавлением раствора А. Для этого отбирают пипеткой 10 см^3 раствора А, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Получают раствор Б, массовая концентрация хлора в котором составляет 10 мкг/см^3.

3.2. Подготовка пробы

Пробоотборную пробирку с пробой помещают в вытяжной шкаф, снимают пробку с пробирки и осторожно добавляют маленькими кусочками чистый металлический натрий до появления голубой окраски, сохраняющейся в течение 30 мин. Избыток натрия должен быть минимальным. Вновь устанавливают на пробоотборную пробирку пробку с трубкой и шлангом и испаряют аммиак.

3.3. Подготовка анализируемого раствора

После полного испарения аммиака осторожно добавляют 10—15 см^3 метилового иди этилового спирта для нейтрализации остатков натрия. Растворяют остаток, добавляя 100 см^3 дистиллированной воды. К полученному раствору добавляют несколько капель фенолфталеина и нейтрализуют раствором уксусной кислоты полярной концентрации c (CH_3COOH) = 6 моль/дм^3, добавляют избыток уксусной кислоты — 1 см^3 и дистиллированной водой доводят объем до 150 см^3. Полученный раствор кипятят в вытяжном шкафу в течение 1 ч, добавляя по мере необходимости дистиллированную воду (сохраняют объем 150 см^3 примерно постоянным). Охлаждают раствор и фильтруют через стеклянный фильтр в колбу Бунзена. Прозрачный фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой (рабочий анализируемый раствор).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Одну из пробирок Несслера заполняют рабочим раствором до метки 100 см^3, добавляют 1 см^3 раствора азотной кислоты и 1 см^3 раствора азотнокислого серебра. Пробирку закрывают чистой резиновой пробкой и тщательно перемешивают полученный раствор.

Образец сравнения готовят следующим образом. В пробирки Несслера помещают раствор Б (объем которого последовательно увеличивают, начиная с 1 см^3 от пробирки к пробирке, но не более чем на 0,15 см^3) разбавляют его дистиллированной водой до 100 см^3, добавляют 1 см^3 раствора азотной кислоты и 1 см^3 раствора азотнокислого серебра. Меняя объемы раствора Б, добиваются, чтобы помутнение образца сравнения было одинаковым с помутнением образца, приготовленного из рабочего раствора.

Подобранный образец сравнения и образец рабочего раствора готовят заново и дают им постоять в течение 5 мин для повторного (окончательного) сравнения степени их помутнения.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю общего хлора (X) в миллионных долях вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 10 \cdot 250 \cdot K}{0{,}682 \cdot V_1 \cdot 100} - 0{,}2,$$

где V — объем раствора Б в растворе сравнения, $см^3$;

10 — масса общего хлора в 1 $см^3$ раствора Б, мкг;

250 — вместимость колбы, $см^3$;

K — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

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

V_1 — объем пробы аммиака, взятый для анализа, $см^3$;

100 — объем анализируемого раствора, $см^3$;

0,2 — поправка, учитывающая массу общего хлора в растворе сравнения, $млн^{-1}$ (мг/кг).

После преобразований, учитывая, что $V_1 = 150$ $см^3$, формула примет вид

$$X = 0{,}24 \cdot V \cdot K - 0{,}2.$$

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 $млн^{-1}$ (мг/кг) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ (для массовой доли общего хлора 0,1 $млн^{-1}$ (мг/кг)).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ ОБЩЕГО ХЛОРА ОТ 0,1 ДО 1,0 $млн^{-1}$ (мг/кг)

Метод основан на переводе хлоридов, содержащихся в жидком аммиаке, в хлористый натрий с помощью металлического натрия и последующем потенциометрическом титровании хлористого натрия в среде ледяной уксусной кислоты раствором азотнокислого серебра.

1. Отбор проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

Объем пробы составляет 200 $см^3$.

2. Аппаратура, реактивы и растворы

Иономер универсальный ЭВ-74 или pH-метр любого типа с погрешностью измерения ± 0,05 pH.

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

Бюретка 7—2—10 по НТД.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 3—25, 3—250 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.

Стакан В-2—50 ТХС по ГОСТ 25336.

Пробоотборник.

Мешалка электромагнитная ММ-3.

Баня водяная лабораторная.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Натрий металлический технический по ГОСТ 3273, х.ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., ледяная.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4144, ч.д.а., насыщенный раствор.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., предварительно высушенный до постоянной массы при температуре 100 °С—120 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации c (H_2SO_4) = 3 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400 см^3 дистиллированной воды и постепенно приливают 160 см^3 серной кислоты (d = 1,84 г/см^3). Раствор охлаждают и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

3.2. Приготовление и стандартизация раствора азотнокислого серебра

Навеску азотнокислого серебра массой 0,85 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Полученный раствор азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,005 моль/дм^3 хорошо перемешивают и стандартизуют по раствору хлористого натрия.

Навеску хлористого натрия массой 0,1462 г (предварительно высушенного до постоянной массы) помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Затем отбирают в стакан 1 см^3 полученного раствора и 15 см^3 ледяной уксусной кислоты. Предварительно включают иономер и готовят серебряный и хлорсеребряный электроды согласно инструкции, прилагаемой к прибору. В качестве индикаторного электрода используют серебряный электрод, в качестве электрода сравнения — хлорсеребряный. При проведении анализа хлорсеребряный электрод заполняют насыщенным раствором азотнокислого калия.

Стакан с пробой помещают на магнитную мешалку и титруют содержимое стакана раствором азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,005 моль/дм^3. Титрант добавляют порциями по 0,1 см^3, записывая изменение потенциала в милливольтах. Точку эквивалентности определяют по максимальному значению отношения

$$\Delta E/\Delta V,$$

где ΔE — изменение потенциала, мВ; ΔV — изменение объема титранта, см^3.

Для измерения массовой доли хлора в ледяной уксусной кислоте в стакан помещают 15 см^3 ледяной уксусной кислоты и проводят титрование, как описано выше (объем титранта 1—2 капли).

Поправочный коэффициент K_1 к молярной концентрации раствора азотнокислого серебра вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V'}{V_1' - V_0'},$$

где V' — объем раствора хлористого натрия, см^3;

V_1' — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,005 моль/дм^3, израсходованный на титрование смеси раствора хлористого натрия с ледяной уксусной кислотой, см^3;

V_0' — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,005 моль/дм^3, израсходованный на титрование ледяной уксусной кислоты, см^3.

Раствор азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,001 моль/дм^3 получают соответствующим разбавлением.

3.3. Подготовка пробы аммиака

Пробоотборник с пробой переносят в вытяжной шкаф, снимают пробку со шлангом и осторожно добавляют в пробу маленькими кусочками чистый металлический натрий (примерно 0,4 г) до появления голубой окраски, сохраняющейся в течение 30 мин. Избыток натрия должен быть минимальным. Вновь закрывают пробоотборник пробкой со шлангом и испаряют аммиак.

Затем в пробоотборную пробирку наливают 10 см^3 этилового спирта для растворения остатков металлического натрия. Переводят пробу в стакан вместимостью 50 см^3, содержащий 10 см^3 дистиллированной воды, нейтрализуют раствором серной кислоты молярной концентрации 3 моль/дм^3 по фенолфталеину. Упаривают пробу на водяной бане до 2 см^3 и после охлаждения до температуры окружающего воздуха добавляют 15 см^3 ледяной уксусной кислоты.

4. Проведение анализа

Стакан с пробой помещают на магнитную мешалку и титруют содержимое стакана раствором азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,001 моль/дм^3, как описано в п. 1.3.2.

Для определения хлора в используемых реактивах проводят анализ «холостой» пробы следующим образом: к 10 см^3 этилового спирта добавляют ту же навеску металлического натрия, что и в пробу, затем добавляют 10 см^3 дистиллированной воды, нейтрализуют полученный раствор по фенолфталеину раствором серной кислоты молярной концентрации c (H_2SO_4) = 3 моль/дм^3 и проводят все дальнейшие операции в соответствии с п. 1.3.2.

5. Обработка результатов

Массовую долю общего хлора (X) в миллионных долях рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot K_1 \cdot 35{,}5 \cdot 0{,}001 \cdot K \cdot 1000}{V \cdot 0{,}682},$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,001 моль/дм^3, израсходованный на титрование рабочей пробы, см^3;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,001 моль/дм^3, израсходованный на титрование холостой пробы, см^3;

K_1 — поправочный коэффициент к молярной концентрации раствора азотнокислого серебра;

35,5 — молярная масса эквивалента хлора, г/моль;

0,001 — молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3;

K — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

V — объем пробы жидкого аммиака, см^3;

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

При объеме пробы 200 см^3 после преобразований формула имеет вид

$$X = 0{,}260(V_1 - V_0) \cdot K_1 \cdot K.$$

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 № 3319**
3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части п. 4.8.**
4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6384—88**
5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, приложения
ГОСТ 61—75	2, приложение	ГОСТ 6221—90	1, 2, приложение
ГОСТ 1277—75	2, приложение	ГОСТ 6709—72	2, приложение
ГОСТ 1770—74	2, приложение	ГОСТ 6995—77	2
ГОСТ 3273—75	2, приложение	ГОСТ 7328—82	2, приложение
ГОСТ 4144—79	приложение	ГОСТ 14919—83	2, приложение
ГОСТ 4204—77	приложение	ГОСТ 18300—87	2, приложение
ГОСТ 4233—77	2, приложение	ГОСТ 24104—88	2, приложение
ГОСТ 4461—77	2, приложение	ГОСТ 25336—82	2, приложение
ГОСТ 4919.1—77	2, приложение	ГОСТ 28326.1—89	5, приложение
ГОСТ 5496—78	2		

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

gost.e-ecolog.ru