

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ УГЛЕРОДИСТЫЕ, ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА

ГОСТ 12359—81
(СТ СЭВ 1239—78)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. П. Лякишев, А. В. Мерзляков, Н. И. Елина, Л. И. Черноморченко, З. Т. Кобозева

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **А. А. Кугушин**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 ноября 1981 г. № 4834

УДК 669.14:546.17.06:006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 12359—81 (СТ СЭВ 1239—78)

СТАЛИ УГЛЕРОДИСТЫЕ, ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ
Методы определения азота

Steels carbon, alloyed and highalloyed.
Methods for the determination of nitrogen

Взамен
ГОСТ 12359—66,
ГОСТ 20813—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 ноября 1981 г. № 4834 срок действия установлен

с 01.12.1981 г.
до 01.01.1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения азота (при массовой доле азота от 0,002 до 0,01%), титриметрический метод определения азота (при массовой доле азота от 0,005 до 0,50%) и метод восстановительного плавления (при массовой доле азота от 0,002 до 0,50%) в углеродистых, легированных и высоколегированных сталях.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1239—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении стали в неокисляющих кислотах, разложении образующихся аммонийных солей гидроокисью натрия, дистилляции аммиака с паром или воздушной аспирацией из щелочного анализируемого раствора и определении его в конденсате фотометрическим методом с реактивом Несслера.

Издание официальное ★

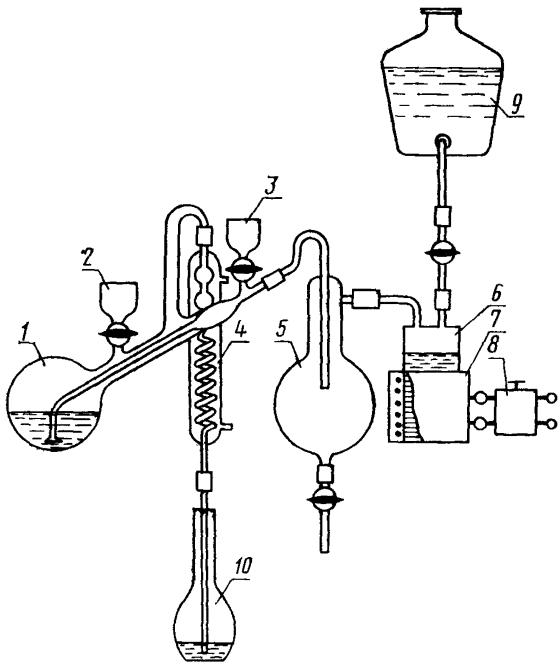
Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1982

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

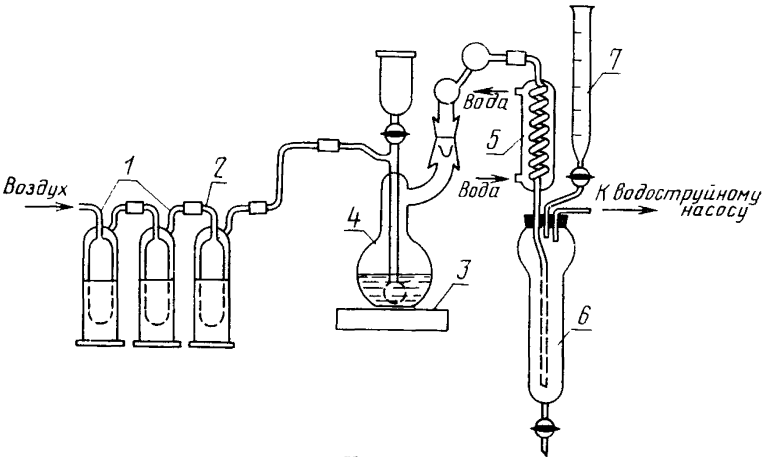
Фотометр или спектрофотометр.

Рекомендуемая схема установки для дистилляции аммиака с паром (черт. 1) состоит из дистилляционной колбы *1*, воронок *2* и *3*, холодильника *4*, колбы-ловушки *5*, генератора пара *6*, нагревателя генератора пара *7*, лабораторного автотрансформатора (латра) *8*, бутыли с водой *9*, колбы-приемника *10*.

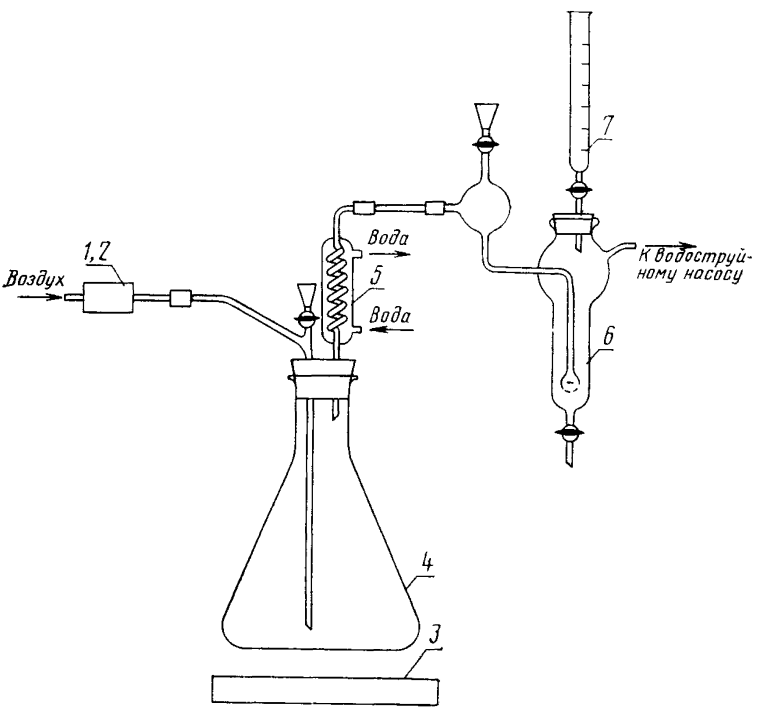


Черт. 1

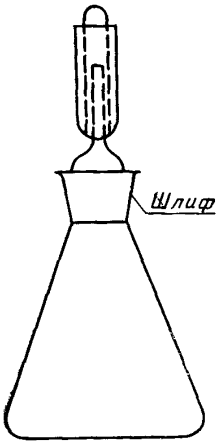
Рекомендуемые схемы установок для дистилляции аммиака с воздушной аспирацией (черт. 2 и 3) состоят из воздухоочистительных систем *1* и *2* (*1* — промывной сосуд, заполненный серной кислотой плотностью 1,84 г/см^3, *2* — промывной сосуд, заполненный водой), электроплитки *3*, дистилляционной колбы из термостойкого стекла вместимостью 500 см^3, снабженной воронкой с краном *4*, холодильника *5*, сосуда для улавливания азота (в виде аммиака) *6*, микробюретки *7* (класса 1).


Воздух
1
2
4
3
Вода
Вода
5
7
К водоструйному насосу
6

Черт. 2


Воздух
1,2
Вода
Вода
5
7
К водоструйному насосу
6
4
3

Черт. 3



Черт. 4

Колба для растворения навески (черт. 4).

Вода дистиллированная, свободная от ионов аммония, для приготовления водных растворов и проведения анализа. Воду проверяют на присутствие ионов аммония реактивом Несслера: к 200 $см^3$ воды приливают 2,5 $см^3$ реактива Несслера, перемешивают и оставляют стоять 15 мин. Если вода не окрасилась в желтоватый цвет (оптическая плотность раствора, измеренная на спектрофотометре в кювете с толщиной рабочего слоя 1 см при длине волны 400 нм, не более 0,05), она может быть использована для определения азота. Если появилось желтое окрашивание, воду очищают на ионнообменных смолах — сильнокислотном катионите и сильноосновном аниените со слоем смолы высотой 0,2 м, диаметром 0,025 м, пропуская через колонки со скоростью от 7 до 10 $см^3$/мин.

Для очистки воды с помощью марганцовокислого калия $5 \cdot 10^3$ $см^3$ воды помещают в колбу со шлифом, добавляют марганцовокислого калия до слабого окрашивания и кипятят 30 мин. Затем добавляют 100 г окиси кальция и кипятят в течение 2 ч. Соединяют колбу с холодильником и собирают дистиллят в бутыль с пришлифованной пробкой.

Воду можно очищать также любым другим методом, обеспечивающим величину оптической плотности окрашенного раствора до значения 0,05.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1:4.

Кислота серная с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/$дм^3$; готовят из фиксанала.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, предварительно прокаленный при температуре 900°С.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, 40%-ный раствор: 200 г гидроокиси натрия растворяют в 600 $см^3$ воды и выпаривают при кипячении до 500 $см^3$ с добавлением нескольких гранул цинка.

Гидроокись калия по ГОСТ 9285—78, 60 и 15%-ные растворы.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Ртуть йодная по НТД.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, стандартный раствор. Сернокислый аммоний высушивают при (100±5)°С, навеску 4,7170 г сернокислого аммония помещают в стакан вместимостью 200—400 см³, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью $1 \cdot 10^3$ см³, доливают до метки водой и перемешивают. 10 см³ раствора помещают в другую мерную колбу вместимостью $1 \cdot 10^3$ см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного стандартного раствора сернокислого аммония содержит 0,00001 г азота.

Реактив Несслера. 12,5 г йодистого калия растворяют в 15 см³ воды. К раствору прибавляют 17,5 г йодной ртути и перемешивают до полного растворения красного осадка. Раствор выдерживают в течение двух суток и сохраняют в темной бутыли. Перед определением к полученному раствору приливают 445 см³ 15%-ного раствора гидроокиси калия.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Установка с водяным паром*

Собирают установку (черт. 1) и промывают ее перед перенесением раствора пробы в дистилляционную колбу через воронку *2* приливают в дистилляционную колбу 80 см³ 40%-ного раствора гидрата окиси натрия, через воронку 3—100 см³ воды и пропускают пар в течение 10—15 мин. Затем удаляют раствор из колбы-приемника и из дистилляционной колбы, приливая в генератор пара 150—170 см³ воды. При этом щелочной раствор перебрасывается из дистилляционной колбы в колбу-ловушку и удаляется.

2.3.2. *Установка с воздушной аспирацией*

Собирают установки (черт. 2, 3) и проверяют герметичность всей системы с помощью аспиратора просасыванием воздуха равномерно со скоростью 3—4 пузырька в секунду.

Перед перенесением анализируемого раствора в дистилляционную колбу промывают установку: через воронку в дистилляционную колбу приливают 80 см³ 40%-ного раствора гидрата окиси натрия, 100 см³ воды и кипятят раствор в течение 5—10 мин.

После очистки всей системы выключают электроплитку, водоструйный насос, удаляют раствор из дистилляционной колбы и из сосуда для улавливания азота.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. *На установке с водяным паром*

2.4.1.1. Определение азота в сталях с массовой долей кремния до 0,5 %.

Навеску массой 2 г помещают в колбу (см. черт. 4) для ее растворения, приливают 50 см³ раствора серной кислоты (1:4) и закрывают ее пришлифованной пробкой с гидравлическим затвором, в резервуар которого предварительно приливают 2—3 см³ раствора серной кислоты (1:4).

Навеску растворяют при температуре не выше (85±5)°С до полного прекращения выделения пузырьков водорода. Колбу с раствором охлаждают, раствор из резервуара гидравлического затвора присоединяют к основному раствору и обмывают затвор 2—3 раза водой. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты и охлаждают. К раствору добавляют 5 г сернокислого калия, 1 г сернокислой меди, приливают 20 см³ серной кислоты и нагревают содержимое колбы до появления густых паров серной кислоты (температура раствора не менее 340°С).

При отсутствии в стали нитридов хрома допускается растворение навески в серной кислоте (1:4) без добавления концентрированной серной кислоты, сернокислого калия, сернокислой меди и нагревания до появления паров серной кислоты.

Для труднорастворимых сталей допускается применение других кислот, обеспечивающих полноту растворения навески.

2.4.1.2. Определение азота в сталях с массовой долей кремния свыше 0,5 %.

Навеску растворяют при умеренном нагревании в 50 см³ раствора соляной кислоты (1:1) до полного прекращения выделения пузырьков водорода. После растворения навески раствор (2—3 см³ соляной кислоты 1:1) из резервуара гидравлического затвора присоединяют к основному раствору и обмывают затвор 2—3 раза водой. К раствору прибавляют при перемешивании маленькими порциями 1—1,5 г фтористого натрия, после чего колбу вновь закрывают пришлифованной пробкой с гидравлическим затвором и продолжают нагревание. Сплавление с сернокислым калием и медью проводят по вышеуказанной методике.

В мерную колбу-приемник (черт. 1) вместимостью 250 см³ приливают 30 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, в дистилляционную колбу через воронку *2* приливают 80 см³ 40%-ного раствора гидроокиси натрия (допускается применение раствора гидроокиси калия), через воронку *3* — раствор пробы, обмывая колбу для разложения навески и воронку небольшими порциями воды, не давая ей стекать до конца. Увеличивают нагрев генератора пара и проводят дистилляцию до тех пор, пока объем дистиллята не достигнет 150 см³.

В мерную колбу с конденсатом медленно при перемешивании приливают 4 см³ реактива Несслера. Содержимое колбы разбавляют водой до метки и перемешивают.

2.4.2. *На установке с воздушной аспирацией*

Растворение пробы проводят как указано в п. 2.4.1.

В сосуд для улавливания азота (черт. 2, 3) приливают 30 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, в дистилляционную колбу через воронку приливают 80 см³ раствора гидроокиси натрия (допускается применение

раствора гидроокиси калия), через воронку с краном — раствор пробы, обмывая колбу для разложения навески и стенки воронки небольшими порциями воды, не давая ей стекать до конца. Закрывают кран воронки, включают водоструйный насос и электроплитку и нагревают раствор в течение 40 мин. Дистиллят сливают через нижний край сосуда для улавливания азота в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, медленно при перемешивании приливают 4 см³ реактива Несслера. Содержимое колбы разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора в интервале длин волн 395—405 нм, применяя в качестве раствора сравнения воду.

В тех же условиях проводят контрольный опыт на определение массовой доли азота в реактивах.

Определение азота проводят в помещении, свободном от аммиака, аммонийных солей и азотной кислоты.

2.4.3. *Построение градуировочного графика*

В пять колб помещают 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см³ стандартного раствора сернокислого аммония, что соответствует 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010% азота при массе навески 2 г, и проводят через все стадии анализа как указано в пп. 2.3.1 и 2.3.2. По найденным величинам оптической плотности (с учетом поправки контрольного опыта) и соответствующим им значениям концентрации азота строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю азота с учетом поправки контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1, в случае разногласий в оценке качества — в табл. 2.

Таблица 1

Массовая доля азота, %	Абсолютные допускаемые расхождения; %
От 0,002 до 0,005	0,002
Св. 0,005 » 0,010	0,003
» 0,010 » 0,020	0,005
» 0,020 » 0,050	0,007
» 0,05 » 0,10	0,01
» 0,10 » 0,20	0,015
» 0,20 » 0,50	0,02

Таблица 2

Массовая доля азота, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,006	0,0012
Св. 0,006 » 0,010	0,0014
» 0,01 » 0,03	0,0024
» 0,03 » 0,05	0,0033
» 0,05 » 0,08	0,0046
» 0,08 » 0,10	0,0056
» 0,10 » 0,20	0,010
» 0,20 » 0,30	0,015
» 0,30 » 0,50	0,020

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении стали в неокисляющих кислотах и разложении образующихся аммонийных солей гидроокисью натрия.

Поглощение выделяющегося аммиака при проведении анализа на установке с водяным паром и на установке с воздушной аспирацией проводят раствором серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3 и определение аммиака — обратным титрованием избытка серной кислоты раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3.

Поглощение аммиака при воздушной аспирации проводят также раствором индикатора Таширо и титрованием его раствором серной кислоты.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Схема установки для дистилляции аммиака с паром (черт. 1).

Рекомендуемые схемы установок для дистилляции аммиака с воздушной аспирацией (черт. 2 и 3).

Колба для растворения навески (черт. 4).

Фотометр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

Индикатор Таширо: 0,03 г метилового красного и 0,01 г метиленового синего растворяют в 100 см^3 этилового спирта. В щелочной среде индикатор имеет зеленый цвет, в кислой — фиолетово-красный.

Кислота серная по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1:4.

Кислота серная с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3; готовят из фиксанала.

Для установления коэффициента пересчета приготовленного раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3 0,02 г углекислого натрия растворяют в 30—40 см^3 дистиллированной воды. К раствору прибавляют 1—2 капли ме-

тилового оранжевого и титруют до перехода желтой окраски раствора в оранжевую. Для удаления образовавшейся угольной кислоты раствор кипятят 2 мин, охлаждают и титруют до перехода желтой окраски в оранжевую.

Коэффициент пересчета раствора серной кислоты (K) с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³ рассчитывают по формуле

$$K = \frac{m}{V \cdot 0{,}00053},$$

где m — масса навески, г;

V — объем раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,00053— количество углекислого натрия, соответствующее 1 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, высушенный до постоянной массы при 270—300°С.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³. Коэффициент нормальности определяют титрованием раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³ раствором серной кислоты такой же концентрации.

Вода дистиллированная, свободная от ионов аммония, для приготовления водных растворов и проведения анализа. Воду очищают и проверяют на присутствие в ней ионов аммония реактивом Несслера как указано в п. 2.2.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, 40%-ный раствор: 200 г гидроокиси натрия растворяют в 600 см³ воды и выпаривают при кипячении до 500 см³ с добавлением нескольких гранул цинка.

Метиловый красный.

Метиловый оранжевый, индикатор.

Метиленовый синий.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, предварительно прокаленный при 900°С.

Гидроокись калия по ГОСТ 9285—78, 60%-ный раствор.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Установка с водяным паром*

Собирают установку (черт. 1) и промывают ее перед перенесением раствора пробы в дистилляционную колбу: через воронку *2*

приливают в дистилляционную колбу 80 см³ 40%-ного раствора гидроокиси натрия, через воронку 3—100 см³ воды и пропускают пар в течение 10—15 мин. Затем удаляют раствор из колбы-приемника и из дистилляционной колбы, приливая в генератор пара 150—170 см³ воды. При этом щелочной раствор перебрасывается из дистилляционной колбы в колбу-ловушку и удаляется.

3.3.2. *Установка с воздушной аспирацией*

Собирают установки (черт. 2 и 3) и проверяют герметичность всей системы с помощью аспиратора просасыванием воздуха равномерно со скоростью 3—4 пузырька в секунду.

Перед перенесением анализируемого раствора в дистилляционную колбу установку промывают: через воронку в дистилляционную колбу приливают 80 см³ 40%-ного раствора гидроокиси натрия, 100 см³ воды и кипятят раствор в течение 5—10 мин.

После очистки всей системы выключают электроплитку, водоструйный насос, удаляют раствор из дистилляционной колбы и из сосуда для улавливания азота.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. *На установке с водяным паром*

Навеску пробы 2 г при массовой доле азота от 0,005 до 0,05 % или 0,5 г — при массовой доле азота свыше 0,05 % помещают в колбу для растворения. При определении содержания азота в сталях с массовой долей кремния до 0,5 % навеску пробы помещают в колбу, приливают 50 см³ раствора серной кислоты (1:4) и закрывают ее пришлифованной пробкой с гидравлическим затвором, в резервуар которого предварительно приливают 2—3 см³ раствора серной кислоты (1:4).

Навеску растворяют при температуре (85±5) °С до полного прекращения выделения пузырьков водорода. Колбу с раствором охлаждают, раствор из резервуара гидравлического затвора присоединяют к основному раствору и обмывают затвор 2—3 раза водой. Раствор в колбе выпаривают до появления паров серной кислоты и охлаждают. К раствору добавляют 5 г сернокислого калия, 1 г сернокислой меди, приливают 20 см³ серной кислоты и нагревают содержимое колбы до появления густых паров серной кислоты (температура раствора не менее 340°С).

При отсутствии в стали нитридов хрома допускается растворение навески в серной кислоте (1:4) без добавления концентрированной серной кислоты, сернокислого калия, сернокислой меди и нагревания до появления паров серной кислоты.

Для труднорастворимых сталей допускается применение других кислот, обеспечивающих полноту растворения навески.

При определении содержания азота в сталях, содержащих свыше 0,5% кремния, навеску растворяют при умеренном нагревании в 50 см³ раствора соляной кислоты (1:1) до полного прекращения выделения пузырьков водорода. После растворения на-

вески раствор из резервуара гидравлического затвора присоединяют к основному раствору и обмывают затвор 2—3 раза водой. К раствору прибавляют при перемешивании маленькими порциями 1—1,5 г фтористого натрия, после чего колбу вновь закрывают пришлифованной пробкой с гидравлическим затвором и продолжают нагревание. Сплавление с сернокислым калием и медью проводится по вышеуказанной методике.

В дистилляционную колбу промытой установки через воронку *2* приливают 80 см³ 40%-ного раствора гидроокиси натрия (допускается применение гидроокиси калия), через воронку *3* — раствор пробы, обмывая колбу для разложения навески и воронку небольшими порциями воды, не давая ей стекать до конца. Увеличивают нагрев генератора пара и проводят дистилляцию до тех пор, пока объем дистиллята не достигнет 150 см³. Аммиак улавливается колбой-приемником, наполненной 25 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³ и 25 см³ дистиллированной воды. По окончании дистилляции к раствору в приемнике добавляют 1 см³ индикатора Таширо, оттитровывают избыток серной кислоты раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³ до устойчивой зеленой окраски индикатора.

В тех же условиях проводят контрольный опыт на содержание азота в реактивах.

3.4.2. *На установке с воздушной аспирацией*

Растворение пробы проводят как указано в п. 3.4.1.

В сосуд для улавливания азота в случае прямого титрования приливают 25 см³ раствора индикатора Таширо, в случае обратного — 25 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, 25 см³ дистиллированной воды и 1 см³ индикатора Таширо.

Далее в обоих случаях в дистилляционную колбу через воронку с краном приливают 80 см³ 40%-ного раствора гидроокиси натрия (допускается применение гидроокиси калия) и раствор пробы, обмывая колбу для разложения навески и воронку небольшими порциями воды, не давая ей стекать до конца. Закрывают кран воронки, включают водоструйный насос, электроплитку и нагревают раствор в течение 40 мин.

При прямом титровании по мере поступления аммиака из дистилляционной колбы в сосуд для улавливания азота окраска индикатора Таширо переходит из фиолетово-красной в зеленую. По окончании дистилляции жидкость в сосуде оттитровывают раствором с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³ серной кислоты до устойчивой в течение 5 мин фиолетово-красной окраски.

В случае обратного титрования по окончании дистилляции оттитровывают избыток серной кислоты раствором гидроокиси на-

трия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³ до устойчивой зеленой окраски индикатора.

В тех же условиях проводят контрольный опыт на определение содержания азота в реактивах.

При определении конечной точки титрования возможно применение инструментальных методов.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю азота (X) в процентах в случае обратного титрования вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(VK - V_2K_1) - (V_1K - V_3K_1)] \cdot 0{,}00014}{m} \cdot 100,$$

где V — объем раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, применяемой для улавливания аммиака исследуемой пробы, см³;

V_1 — объем раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, применяемой для улавливания аммиака контрольного опыта, см³;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, пошедшего на титрование избытка серной кислоты исследуемой пробы, см³;

V_3 — объем раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, пошедшего на титрование избытка серной кислоты контрольного опыта, см³;

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета приготовленного раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³;

K_1 — коэффициент нормальности раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³;

0,00014 — количество азота в граммах, соответствующее 1 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³.

Массовую долю азота (X) в процентах в случае прямого титрования вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}00014}{m} \cdot 100,$$

где V — объем раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, пошедший на титрование аммиака, см³;

V_1 — объем раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм³, пошедший на титрование аммиака контрольного опыта;

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета приготовленного раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3;

0,00014 — количество азота в граммах, соответствующее 1 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3.

3.5.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1 и 2.

4. МЕТОД ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

4.1. При проведении анализа методом восстановительного плавления в вакууме или в токе инертного газа-носителя применяют автоматические приборы любого типа, обеспечивающие допускаемые расхождения, приведенные в табл. 1 и 2.

gost.e-ecolog.ru